

**Bakalářská práce**  
**Metalografické hodnocení struktury ocelí**  
**Metallographic evaluation of steel structure**

**Student: Tomáš Konvička**

**Vedoucí diplomové práce: Ing. Kateřina Konečná, Ph.D.**

**Studijní obor: Progresivní technické materiály**

**Datum zadání diplomové práce: 30.11. 2020**

**Datum odevzdání diplomové práce: 30. 4. 2021**

## **Poděkování**

Rád bych poděkoval Ing. Kateřině Konečné, Ph.D. za odborné a velmi užitečné rady, věcné a upřímné připomínky, její čas strávený nad kontrolou práce a vstřícnost při konzultacích a vypracování bakalářské práce.

## Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá metalografickým hodnocením struktury podeutektoidní oceli. Práce je zaměřená na hodnocení podílu proeutektoidního feritu vzniklého rozpadem austenitu při izotermickém žhání po dobu 240 s na teplotě 750 °C v závislosti na teplotě austenitizace. Teoretická část se v úvodu zabývá přípravou metalografických vzorků pro analýzu struktury. Je zde uvedeno kvalitativní hodnocení struktury, popis fází a jejich přeměn v oceli. Dále jsou popsány kvantitativní metody hodnocení obrazové analýzy pro stanovení podílu fáze a stanovení velikosti zrna. Úkolem praktické části bylo vyhodnotit kvantitativními metodami množství vzniklého feritu a velikost austenitického zrna.

**Klíčová slova:** Mikrostruktura oceli, kvalitativní metalografie, bodová analýza, rozpad austenitu.

## Abstract

The bachelor thesis deals with metallographic evaluation of the structure of hypoeutectoid steel. The work is focused on the evaluation of the proportion of proeutectoid ferrite formed by the decomposition of austenite during isothermal annealing for 240 s at a temperature of 750 °C depending on the austenitization temperature. The theoretical part deals with the preparation of metallographic samples for structure analysis. There is a qualitative evaluation of the structure, a description of the phases and their transformations in steel. Quantitative methods of image analysis evaluation for phase fraction determination and grain size determination are also described. The task of the practical part was to evaluate the amount of infused ferrite and the size of the austenitic grain by quantitative methods.

**Key word:** Microstructure of steel, quality metallography, point analysis, austenite decomposition

# Obsah

1. Úvod.....	3
1.1. Historie.....	4
2. Příprava metalografických vzorků .....	6
2.1. Odběr vzorků.....	6
2.2. Preparování .....	7
2.3. Broušení .....	8
2.4. Leštění .....	9
2.4.1. Elektrolytické .....	10
2.4.2. Chemické.....	11
2.5. Leptání.....	12
2.5.1. Chemické.....	12
2.5.2. Elektrolytické .....	14
2.6. Světelná mikroskopie .....	14
2.6.1. Princip světelné mikroskopie .....	15
2.6.1.1. Zvětšení metalografického mikroskopu .....	16
2.6.1.2. Apertura objektivu.....	16
2.6.1.3. Rozlišovací schopnost objektivu .....	17
2.6.1.4. Hloubka ostrosti .....	17
2.7. Rastrovací elektronová mikroskopie .....	18
3. Kvalitativní metalografie.....	20
3.1. Strukturní složky a fáze v ocelích dle metastabilního diagramu $Fe_3C$ .....	20
3.1.1. Základní strukturní charakteristiky ocelí.....	21
3.1. Fázové přeměny slitin železa v tuhém stavu .....	23
3.2. Fázové přeměny austenitu při ochlazování .....	23
3.1. Typy vměstků.....	26
4. Kvantitativní metalografie.....	27
4.1. Čistota kovů .....	27
4.1.1. Srovnávací metoda .....	27
4.2. Stanovení velikost zrna .....	28
4.2.1. Srovnávací metoda .....	28
4.2.2. Planimetrická metoda.....	29
4.2.3. Lineární metoda.....	30
4.3. Stanovení fázového složení kovů.....	30
4.3.1. Bodová metoda.....	30
4.3.2. Lineární metoda.....	31
4.3.3. Plošná metoda .....	32
5. Metalografický rozbor – experimentální část.....	33
5.1. Cíl práce .....	33

5.2.	Použitý materiál.....	33
5.3.	Vyhodnocení podílu proeutektoidního feritu .....	35
5.1.	Hodnocení velikosti původního austenitického zrna.....	37
5.1.	Diskuse výsledků.....	39
6.	Závěr .....	41
7.	Seznam použitých zdrojů: .....	42

# 1. Úvod

Cílem této práce bylo, připravit teoretickou rešerši pro vyhodnocení experimentální části, tedy rozbor metalografických metod pro kvalitativní a kvantitativní hodnocení struktury ocelí, kam patří i příprava vzorků a popis struktury a metod. Dalším cílem je praktickou zkouškou metalograficky vyhodnotit vliv teploty a velikosti austenitického zrna na množství feritu vzniklého rozpadem austenitu. Hodnocení bylo provedeno na vzorku nízkolegované oceli 15020 dle ČSN 41 15020 (ocel 16Mo3 dle EN 10216–2).

Metalografie je nauka o struktuře kovových materiálů. Jedná se o metodu vědy optického zkoumání kovových materiálů a jejím cílem je kvalitativní a kvantitativní popis makrostruktury i mikrostruktury. Základní strukturní jednotkou je fáze. Struktura je charakterizována velikostí, tvarem, druhem, množstvím, způsobem uspořádáním, orientací fází a také defekty těchto fází [1].

Postupný vývoj konstrukčních materiálů klade důraz na technologické zpracování kovu, díky metalografii je možné určit vlastnosti kovů a slitin pomocí jejich struktury. Metalografické zkoušky se dělí z pohledu zvětšení na makroskopické a mikroskopické pozorování. Makroskopická pozorování upravených povrchů vzorků kovů se provádí lupou, stereomikroskopem nebo pouhým okem. Tato metoda poskytuje přehledný obraz struktury zkoumaného předmětu, pozorují se vady a vměstky v odlitcích, hloubky tepelně chemických úprav, základní charakteristiky tuhnutí odlitků, tvar a velikost licích zrn a dendritů. Mikroskopická pozorování jsou prováděna pomocí mikroskopů, které využívají odražené světlo z povrchu kovů, neboť kovy jsou pro viditelné světlo nepropustné. Touto metodou získáváme detailní strukturní informace na úrovni krystalického zrna [2].

Pro kvalitativní a kvantitativní hodnocení mikrostruktury je možné využít různé metalografické metody, které mikrostrukturu zkoumají, identifikují a klasifikují z různých stránek. Tyto metody dělíme podle typu záření na mikroskopii světelnou, elektronovou, iontovou a rentgenovou. Mezi elektronovou metodu patří transmisní elektronová mikroskopie (TEM) a řádkovací elektronová mikroskopie (SEM). Tyto metody jsou schopny fáze ve struktuře, které jsou pod rozlišovacími schopnostmi světelného mikroskopu, identifikovat, stanovit jejich chemické a objemové složení, krystalograficky definovat a ujasnit jejich rozdílnou leptatelnost [1].

Zkoumání struktury kovů nám přináší poznání materiálů z praktického hlediska. Díky

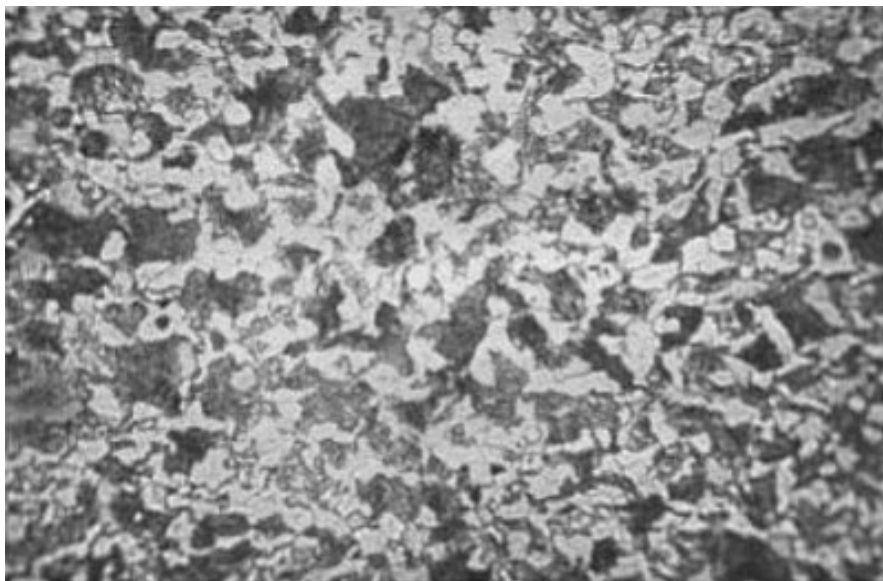
znalostem struktury je možné definovat kvalitu procesů výroby, úpravy a vhodného použití jednotlivých materiálů. Také nám umožňuje zkoumat vlastnosti kovů, které jsou funkcí jejich struktur. Základním předpokladem zkoumání struktury kovů, je jejich strukturu měnit a tím i měnit jejich vlastnosti. Jedná se o vlastnosti chemické, fyzikální, fyzikálně-chemické, mechanické a technologické. Proto se metalografie stává zdrojem informací pro výrobu a využití a také má klíčové postavení při vyhodnocování vad materiálu havárii strojních součástí i celých konstrukcí [3].

### 1.1. Historie

Počátky metalografie, jakožto to přímého pozorování a hodnocení různých struktur materiálů, sahají již do poloviny 19. století. Od té doby se metody metalografie neustále vyvíjejí a zdokonalují, jelikož jsou pro zpracování a výrobu kovů a keramických materiálů absolutně prvořadé [2].

Velmi důležitým milníkem v metalografii bylo použití světelného mikroskopu na bázi odraženého světla, pomocí něj byla zkoumána v roce 1863 první struktura oceli. Za zakladatele této metody je považován anglický geolog Henry Clifton Sorby (1826–1908) narozen ve Woodbournu. Zkoumání magmatických hornin jej přivedlo ke studiu meteoritů a pro pochopení struktury meteorických želez, začal studovat železo a ocel, z místních železáren v Sheffieldu. Sorby pomocí metod přípravy tenkých částí hornin, kterou se naučil při výrobě fosilního dřeva, zubů a kostí, díky náhodného setkání s chirurgem Williamem Crawfordem Williamsonem (1816–1895), vyvinul metody broušení a leštění, které poté použil na povrchy kovů a meteoritů. Ty byly možné mikroskopicky zkoumat pomocí odraženého světla. Jeho studium železa a oceli mělo následně velkou průmyslovou hodnotu[4].

První snímek struktury Bessemerovy oceli 0,2 % C, získal v roce 1863, při které H. C. Sorby použil vlastní metody broušení a leštění. Postup je identický k dnešním praktikám. Broušení pomocí smirkového papíru od hrubozrnného po jemnozrnný, hrubé leštění oxidem železitým  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  a na závěr jemné leštění leštící červení  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  [5][5].



*Obrázek 1: Snímek struktury Bessemerovy oceli 0,2 % C, 1963 Henry Clifton Sorby [5].*



## 2. Příprava metalografických vzorků

Příprava metalografického výbrusu je základní dovednost každého metalografického inženýra. Protože následná metalografická analýza prozradí velké množství informací o zkoumaném materiálu. Tyto informace nám sdělují, zda má daný materiál požadovanou strukturu a potřebné mechanické vlastnosti. Velký důraz je kladen na výběr správné oblasti materiálu pro pozorování, a také je potřeba docílit vysoké kvality výbrusu povrchu vzorku. Před pozorování struktury materiálu, je potřeba vhodně upravit jeho povrch. Ten se upravuje pomocí broušení, leštění a poté naleptání, pro vyvolání struktury [6].

Pro samotné zkoumání a hodnocení struktury je potřeba metalografický mikroskop. Nejstarší metalografickou metodou hodnocení struktury je světelná mikroskopie, která má vysokou vypovídající schopnost. Díky ní máme přehledné informace a můžeme určit, která další metoda bude pro studium struktury použita. Mezi ty patří transmisní i řádkovací elektronová mikroskopie, rentgenová a elektronová difrakční fázová analýza, kvantitativní metody [1].

V praxi se často setkáme s různorodými vzorky, co se tvaru a do velikosti týče. Základem je správně rozhodnout, jaká oblast vzorku, součásti nás bude zajímat a jakým způsobem bude vzorek odebrán. Vzorek musím splňovat vhodné rozměry a povrch musí být naprosto rovný a hladký. Dle normy ČSN 420462 musí mít vzorek minimální plochu pro kontrolu  $1 \text{ cm}^2$ . Je možno odebrat i menší vzorky, jen v případě, pokud zkoumaný předmět má tloušťku nižší než 1 mm. Pro splnění podmínek metalografického výbrusu je potřeba dosáhnout výbrusu: bez deformace, bez tepelného ovlivnění, bez vnesení cizích látek, bez poškrábání a bez vydrolení. Příprava metalografických výbrusů se skládá z operací, odbírání vzorků, preparování, broušení, leštění a leptání [2].

### 2.1. Odběr vzorků

Vzhledem k tomu, že příprava vzorku je časově náročná a vyžaduje určité zásady, je třeba výběru vzorků věnovat patřičnou pozornost, a to s ohledem umístění a orientaci ve zkoumaném kusu. Jednotlivé zásady, které je potřeba dodržet při odběru vzorku jsou rozděleny dle tvaru a velikosti součástí. Součástí, u který je struktura v řezu po celé délce stejná, odebíráme vzorek ve tvaru krychle nebo válce, velikost plochy je  $2\text{--}3 \text{ cm}^2$ . Menší součástí, u kterých se kontroluje celá plocha průřezu, se odřezává deska o tloušťce 10–15 mm. U součásti s různým průměrem, je potřeba odebrat vzorky z tenkých i tlustých míst. Tvářený materiál (válcovaný, kovaný, tažený), odběr 2 vzorků je v místech ve směru tváření a ve směru kolmém

na směr tváření. Vadné součásti s trhlinou, vzorky je nutno odebrat v místě vady a také v místě kde vada není [2].

Ve většině případů zkoumání součástí je vyžadován řez, i když součást splňuje požadovaný rozměr. Pro řez materiálu lze použít různé postupy obrábění, ale bez ohledu na zvolený způsob řezání nesmí dojít ke změně struktury, a to vlivem ohřevu nebo deformace. Některá poškození se obvykle vyskytnou na povrchu řezu, ale rozsah poškození lze minimalizovat použitou technikou a řezným materiálem. Pro méně rozměrné prvky lze k řezání použít zařízení, jako jsou nůžky, pásová pila, abrazivní řezací pila a metalografická pila s vysokou nebo nízkou rychlostí, příklad metalografické pily je znázorněn na obrázku 2. Pro různé materiály se používají různé kotouče a také různé otáčky. Důležité je chlazení. Bez něj bychom mohli během řezání dosáhnout změny mikrostruktury ve sledované oblasti, popřípadě by mohl být materiál tepelně vytvrditelný a poté by mohl poškodit řezný kotouč [7].



Obrázek 2: Automatická / manuální metalografická pila Brillant 220 [8].

## 2.2.Preparování

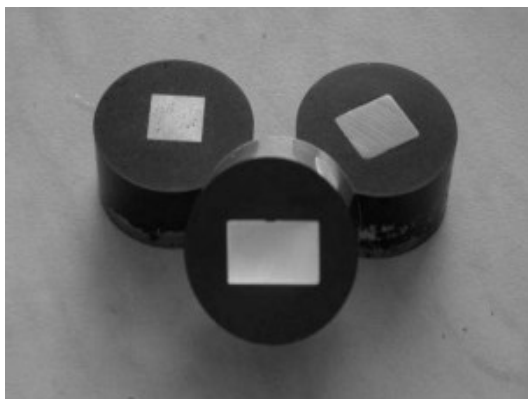
Preparování slouží hlavně u malých vzorků součástí pro urychlení a usnadnění jejich přípravy. Tyto vzorky nelze při broušení dostatečně uchopit a tím zachovat rovnoměrné broušení plochy. Také u velkých součástí je komplikované zachovat rovnoměrné broušení plochy, proto je snadnější odebrat menší vzorek, a plochu rozšířit o preparovaný materiál. K preparování se převážně používají umělé hmoty, které mají výhodu, že nereagují při normálních teplot s většinou chemických činidel používaných pro leptání. Existuje více způsobů preparování vzorků, jednotlivé způsoby preparování se provádějí dle jejich následujících použití. Pro automatické broušení je potřeba zachovat stejný rozměr všech vzorků. To se dá docílit pomocí lisování vzorků do umělé hmoty. Tato metoda je rychlejší než zalévání vzorků do formy pomocí pryskyřic. Vzorky lze uchytit i pomocí upínačů [8].

**Zalévání vzorku pomocí pryskyřic** je nejčastější použití, pro tuto metodu se využívají preparační hmoty, jakou jsou dvousložkovou pryskyřice (dentacryl, který je tvořen pevnou a kapalnou složkou), akrylové a epoxidové pryskyřice. Rozdíl je v rychlosti vytvrzení preparační hmoty. Při použití dentacrylu je potřeba čekat 30 min na zreagování obou složek a poté 4–5 hodin tvrdnutí. Formy mohou být kovové nebo elastické (zobrazeny na obrázku 3), ze kterých je potřeba vzorek po vytvrzení vytáhnout. Výhoda použití elastických forem je v jejich opětovném použití.

**Zalisování vzorku do pryskyřic** je vhodné pouze pro vzorky, u kterých víme, že se při tlaku a zvýšené teplotě nezmění jejich struktura. Lisování probíhá při teplotách okolo 150 °C do akrylové, epoxidové, popřípadě bakelitové pryskyřice, příklad vzorků je na obrázku 4. Výhodou je zachování stejného rozměru u všech vzorků a je možné upravovat vlastnosti jednotlivých pryskyřic, jako jsou průhlednost, tvrdost také vodivost, které se využívá u elektronových mikroskopů [2].



Obrázek 3: Silikonové formy a upínače [6].



Obrázek 4: Vzorky zalísované za tepla do bakelitu [6].

### 2.3. Broušení

Nutnost broušení je z důvodu odstranění hloubkových deformací, které vznikly při odběru vzorku z materiálu. Cílem je dosáhnout minimální povrchové deformace a odstranění nerovnosti k dosažení rovné plochy a přípravy jemného povrchu pro leštění. Broušení můžeme provádět na horizontální metalografických bruskách ručních, poloautomatických nebo automatických. Na výsledek broušení má největší vliv použití materiálu povrchu brusného papíru, typ brusiva, velikost a tvar částic brusiva, velikost přitlačné síly, a také rychlost otáčení kotouče, na kterém je umístěn brusný papír [6][6].

Během broušení je materiál obráběn pomocí brusného kotouče, který má na povrchu zrna z velmi tvrdých materiálů (brusivo) ty jsou rozděleny dle velikostí zrn od hrubozrnných po jemnozrnné. Při samotném broušení dochází k deformaci povrchu, která se snižuje

postupným broušením na jemnozrnných brusných kotoučích. Během této deformace dochází k tepelnému ovlivňování a drolení vybroušeného materiálu, proto se častěji volí broušení s přidávkou vody, díky kterému chladíme vzorek i brusný papír a udržujeme jej čistý od nečistot [8].

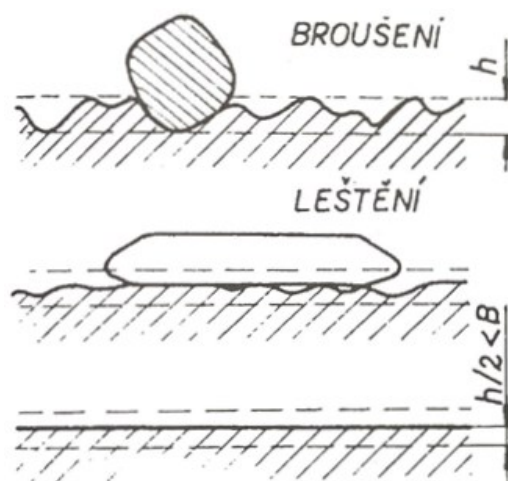
Nejčastěji se používají brusné papíry, kde brusivo je složeno z přírodního korundu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), karbidu křemíku ( $\text{SiC}$ ) nebo bóru ( $\text{B}_4\text{C}$ ) a může být ve formě pevném (brusný papír), polotuhém (pasta) nebo tekutém (suspenze). Na obrázku 5 je možné vidět značení jednotlivých brusných papírů písmenem „P“, čím je toto číslo menší, tím je velikost zrna větší [ $\mu\text{m}$ ], brusný papír slouží pro větší odběr materiálu. Pro intenzivní odebrání hmoty je možno použít papír s označením 120 (velikost částic 125  $\mu\text{m}$ ). Pro jemnější opracování brusný papír s označením od 320 (46  $\mu\text{m}$ ) až po 2000 (10  $\mu\text{m}$ ). Během broušení je potřeba dbát, aby vzorek byl obráběn v jednom směru, při každé změně na jemnější papír je potřeba vzorek otočit o  $90^\circ$  a brousíme jej kolmo k předešlým brusným stopám hrubozrnného papíru. Brousíme, dokud původní stopy nezmizí [2].

FEPA P (Europe)	80	120	180	220	320	500	800	1000	1200	2000	4000
Zrnitost $\mu\text{m}$	200 $\mu\text{m}$	125 $\mu\text{m}$	82 $\mu\text{m}$	68 $\mu\text{m}$	46 $\mu\text{m}$	30 $\mu\text{m}$	22 $\mu\text{m}$	18 $\mu\text{m}$	15 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$	5 $\mu\text{m}$

Obrázek 5: Přehled značení brusných papírů dle jejich zrnitosti [10].

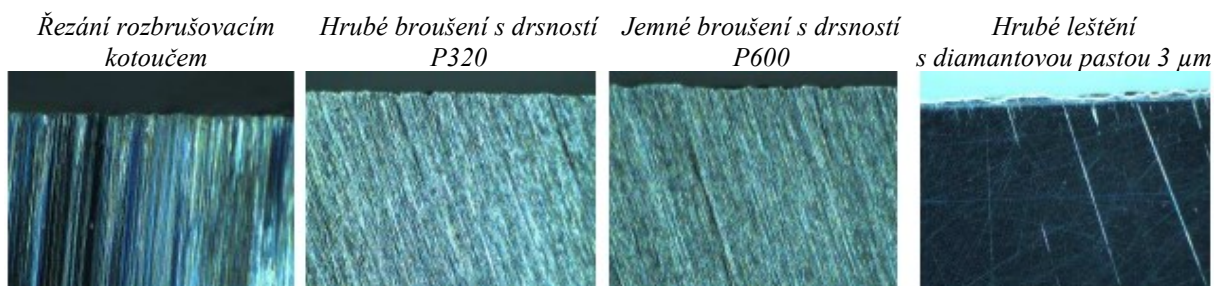
## 2.4. Leštění

Důvod leštění je za účelem odstranění deformací z předešlé operace a cílem je dosažení dokonalého zrcadlovitého povrchu bez jakýchkoliv rýh. Tento cíl dosáhneme postupným zjemňováním zrn leštícího materiálu. Rozdíl mezi broušením a leštěním je ten, že při leštění nedochází k odebrání materiálu. Leštění by mělo být prováděno v bezprašném prostředí odděleném od oblastí pro řezání a broušení, protože nečistoty ve vzduchu nelze tolerovat, proto by se mezi kroky měl umýt jak vzorek, tak ruka operátora. Čištění mezi fázemi leštění je důležitější než mezi fázemi broušení. Během broušení i leštění vzniká Beilbyova vrstva neboli vrstva plasticky zdeformovaného materiálu. Tuto vrstvu je možné vidět na obrázku 6 a je závislá na zmíněných vlivech, jakou jsou velikost a tvar částic brusiva, velikost přitlačné síly, a také rychlost otáčení [2].



Obrázek 6: Vznik Beilbyho vrstvy při mechanickém broušení a leštění [2].

Tento proces je obdobný broušení, kdy se přechází od hrubozrnného leštění po jemnozrnné. Zařízení pro leštění a broušení je totožné. Leštícím materiálem je sukno, na které se postupně nanášejí suspenze o zrnitosti 9  $\mu\text{m}$  přes 3  $\mu\text{m}$  až do 0,3  $\mu\text{m}$ . Sukno se dělí na měkké a tvrdé, jejich použití se určuje dle materiálu vzorku. Jako suspenze se používají diamantové prachové produkty ve formě pasty nebo spreje se zrnitostí až 0,25  $\mu\text{m}$ , nebo jemnější brusné prášky na bázi křemíku a hliníku se zrnitostí 0,1 až 0,05  $\mu\text{m}$ . Dělicí prášek má být tvrdší než leštěný povrch. Při přechodu na jemnější zrnitost je potřeba vždy vzorek pořádně očistit. Leštění je ukončeno, jakmile odstraníme rýhy z povrchu výbrusu. Dlouho trvající leštění není žádané, protože dochází k zvětšování Beilbyho vrstvy. Na konci leštění je vždy potřeba vzorek očistit vodou, poté opláchnout alkoholem a na závěr vysušit horkým vzduchem. Podle způsobu leštění jej dělíme na mechanické, elektrolytické a chemické leštění. Na obrázku 7 je možné vidět profil vzorku oceli v průběhu řezání, broušení a leštění. [8].



Obrázek 7: Profily vzorků oceli po jednotlivých etapách přípravy, stereomikroskop, neleptané, zvětšení 20x [6].

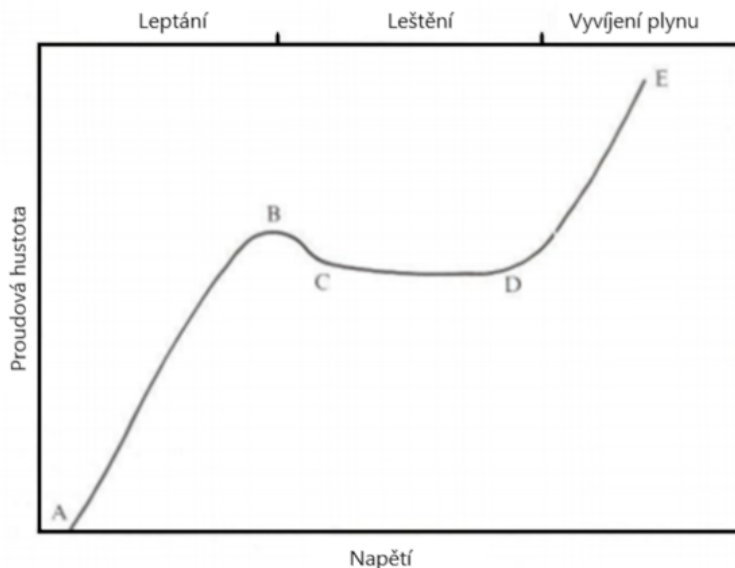
#### 2.4.1. Elektrolytické

Elektrolytické leštění spočívá v anodickém rozpouštění vzorku, kdy je vzorek zapojen jako anoda v elektrolytickém obvodu. S použitím vhodného elektrolytu a za pomoci elektrického proudu, který prochází vzorkem, se na povrchu vytváří film reakčních produktů. Tato vrstva filmu má na povrchu různou tloušťku, díky ní reguluje intenzitu protékajícího

proudu a vytváří nerovnoměrné rozložení proudové hustoty. Na vystouplých místech povrchu je proudová hustota nejvyšší, proto výstupky odstraňuje a povrch se vyrovnává. Jako katoda se nejčastěji používá nerezová ocel, která se nerozpouští [2][1].

Elektrolytické leštění je možné ovlivnit řadou faktorů, které mají velký vliv na kvalitu povrchu, je tedy potřeba použít správnou kombinaci teploty, napětí, hustoty proudu a času, abychom docílili dokonalého vyhlazeného a jasného povrchu. Tyto faktory jsou, orientace vzorku a katody v lázni, vzdálenost mezi anodou a katodou, volba materiálu katody, složení vzorku a jeho nečistoty, teplota a složení elektrolytové lázně a také její stáří. K použití správného napětí a hustoty proudu, slouží graf na obrázku 8, kde lze zjistit jejich závislost [3].

Výhodou této metody je dosažení stejné kvality povrchu jako jsou ty nejlepší, které lze získat mechanickým leštěním. Metoda je ideální pro přípravu kovů, které je obtížné mechanicky leštit z důvodu jejich tvrdosti nebo jsou při mechanickém leštění snadno deformovatelné. Tato metoda může snížit celkovou dobu přípravy. Jako nevýhodou je, že míchání elektrolytů musí být prováděno opatrně, protože mnoho z těchto roztoků je nebezpečných, některé dokonce výbušné. Také kontrola všech proměnných faktorů řadí tuto metodu mezi ty náročnější.



Obrázek 8: Graf závislosti proudové hustoty na napětí. V oblasti C-D dochází k leštění povrchu [8].

Elektrolytické leštění je nejvhodnější pro čisté kovy a jednofázové slitiny. Vícefázové slitiny je docela obtížné leštit, kvůli rozdílným rychlostem leštění jednotlivých složek [8].

#### 2.4.2. Chemické

Chemické leštění funguje na stejném principu jako elektrolytické jen s rozdílem, že do něj není přiváděn elektrický proud. Chemické leštění je proces řízené koroze. Roztoky obsahují

oxidační činidlo, jako je kyselina dusičná nebo peroxid vodíku, které nahrazuje elektrický proud používaný při elektrolytickém leštění. Na povrchu vzorku se někdy vytvoří film, který musí být odstraněn ošetřením vhodným roztokem. Tyto filmy jsou buď oxidy, nebo hydroxidy, protože roztoky silně oxidují [6].

Chemické leštění se nejčastěji provádí v nádobě umístěné na magnetickém míchacím zařízení. Vzorek je buď zavěšen do lázně nebo držen pomocí kleštěmi. Není-li vyžadováno promíchávání chemické lázně, je možné vzorek položit na dno nádoby. V případech, kdy je vzorek ponořen do nemíchaného roztoku, je přítomna jasně viditelná viskózní vrstva. Také je možné při některém leštění pozorovat vývoj plynu, který dokazuje leštění povrchu.

Stejně jako u elektrolytického leštění je kvalita nejlepší u čistých kovů nebo jednofázových slitin, i když některé chemická leštidla fungují dobře u dvoufázových slitin. Metoda má širokou použitelnost a všestrannost. Lze ji použít na kulaté a zakřivené povrchy nebo pro současné leštění všech stran čtvercového, obdélníkového nebo plochého vzorku. Nevýhody jsou, že daným objemem roztoku může vyleštit pouze omezený počet vzorků. Některé roztoky musí být smíchány čerstvé a musí být ihned po použití zlikvidovány, nelze je skladovat. Většinou by se měly používat v laboratorní digestoři, aby se obsluha vyhnula kontaktu s roztokem nebo s jeho výpary. Neexistuje univerzálně chemický roztok, většina musí být přizpůsobena konkrétní slitině [7].

## **2.5. Leptání**

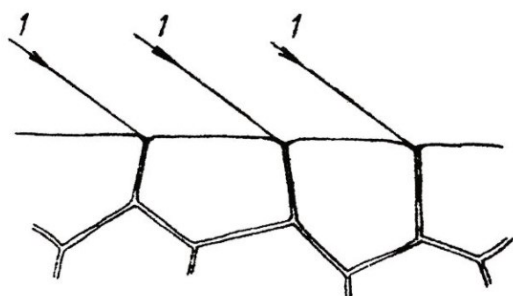
Po broušení a leštění získáme dokonalý lesklý povrch, který je při pozorování pod mikroskopem zářivě bílý, a je možné pozorovat dutinky, nekovové vměstky nebo jiné nehomogenity. Pro vyvolání požadované struktury je potřeba použít metodu leptání, abychom vytvořili takzvaný reliéf, na kterém je možné pod mikroskopickým pozorováním detailně složení struktury, u ocelí zejména rozložení a množství oxidů a sulfidů. To se provádí buď metodou chemickou, kdy se vzorky ponořují v kyselinách, zásadách a alkoholických roztocích, nebo elektrolytickou v elektrolytech, ale také i metodou tepelnou. Leptání je velmi citlivá metoda, při ní každý materiál potřebuje speciální techniku a volbu správného leptadla. Dle působení leptadla, dělíme leptání na plošné, na hranice zrn a selektivní [2].

### **2.5.1. Chemické**

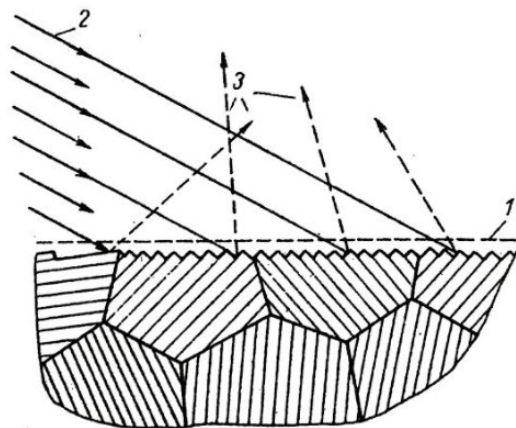
Nejčastější metoda je chemické leptání, kdy leptadlo působí na plochy a hranice zrn, které můžeme vidět na obrázku 9. Hranice zrn mají zvýšenou hustotu poruch mřížky, ty se zviditelňují tím, že leptadlo na nich způsobí prohlubeniny. Poté na povrch dopadají paprsky, které vytvářejí na povrchu stíny a ty pozorujeme. Plošným leptáním můžeme zviditelnit



jednofázovou strukturu, princip je v rozdílné rychlosti rozpouštění jednotlivých zrn a vzhledem k rozdílné orientaci zrn, tvoří na nich dopadající paprsky různé odstíny, čím více se úhel odrazu blíží k pravému úlu tím, je zrno světlejší viz obrázek 10. Plošné leptání je typické pro tvorbu makroskopického reliéfu [6] .



Obrázek 9: Leptání hranic zrn jednofázové struktury kovu [7].



Obrázek 10: Stupínkový povrch výbrusu při leptání 1 – původní plocha výbrusu, 2 – směr dopadajícího světla, 3 – směry odražených paprsků [7].

Před leptáním vzorku je potřeba povrch dokonale odmastit, aby nedošlo k nerovnoměrnému naleptání. Leptání můžeme provádět ponořením do lázně nebo nanesením leptadla na leštěný povrch. Nejběžnějším leptadlem pro oceli uhlíkové a nízkouhlíkové je Nital, jedná se o roztok 1-5 ml kyseliny dusičné a 95 ml etyl nebo metylalkoholu. V tabulce č. 1 jsou definovány jednotlivé materiály oceli a jejich leptadla. Leptadlo tedy nanášíme na povrch vzorku, aby byla pokryta celá plocha. Leptání probíhá tak dlouho dokud se na vzorku objeví lehký matný nádech nebo se z povrchu kovu neuvolňují viditelně bublinky. Pokud je struktura málo naleptaná, musíme ji doleptat opatrně, protože při odleptávání dochází k rychlejšímu rozpouštění kovu. V případě přeleptání je potřeba vzorek znovu přeleštit. Po leptání vzorek opláchneme pod vodou, destilovanou vodou, a aby neproběhla koroze, oplachujeme vzorek v etanolu [7].

Tabulka 1: Leptadla pro vyvolání mikrostruktury uhlíkových a nízkolegovaných ocelí [7].

Materiál	Složení leptadla		Příprava vzorku, způsob leptání, působení
Uhlíkové a nízkolegované oceli	kyselina dusičná	1 až 5 ml	Lze leptat několik sekund, opláchnout vodou a alkoholem, osušit proudem vzduchu
	metyl nebo etylalkohol	95 ml	
Oceli, struktura všeobecně	kyselina pikrová	4 g	Lze použít i slabší roztoky. Hranice feritických zrn se tak dobře neleptají jako v 1 až 5 % kyselině dusičné. Účinek leptadla se zvýší 2 kapkami kyseliny solné 1,19 do 50 ml leptadla.
	alkohol 95 %	100 ml	



Barevné leptání: orientace zrn, deformačních čar. Segregace, vyšší kontrast mezi cementitem a základní hmotou	60–80 % roztok kyseliny siřičitanu sodného		Dokonale odstranit Beilbyho vrstvu. Vhodné je elektrolytické leštění. Leptat 10 až 25 sekund za normální teploty. Leptání přerušit, jakmile se vzorek zabarví do žlutohnědá. U nadeutektoidních ocelí je cementit bílý, základní hmota tmavá.
	hydroxid sodný	40 g	Leptání při teplotě 100 °C
	destilovaná voda	60 g	
	dusičnan sodný	15 g	
Barevné leptání oxidací povrchu vzorku při ohřevu na vzduchu			Suchý a čistý vyleštěný vzorek se zahřeje na plechové desce na teplotu 200 až 300 °C do žlutohnědého až fialového zabarvení. Postup zabarvování: perlit, ferit, cementit fosfid.
Kalené nebo zušlechtnuté oceli	kyselina dusičná 1,4	1 ml	Pro zakalené nebo tepelně zpracované uhlíkové oceli.
	metyl nebo etylalkohol	99 ml	

### 2.5.2. Elektrolytické

Tento způsob se používá v případě, že chemickým leptáním nedosahujeme kvalitního reliéfu, který pro daný materiál potřebujeme. Vzorek ponořujeme do nádoby s elektrolytem, zařízení je obdobně jako u leštění. Pomocí správné proudové hustoty a napětí probíhá leptání na povrchu materiálu. Leptání závisí na volbě správného elektrolytu a probíhá při nízké proudové hustotě a při nízkém napětí, viz obrázek 8 úsek bodů AB [2].

### 2.6. Světelná mikroskopie

Jak již bylo řečeno světelná mikroskopie je nejrozšířenější metodou používanou pro zkoumání mikrostruktury materiálu. Je založená na pozorování odráženého světla z povrchu vzorku. Zdrojem záření je světlo neboli záření ve viditelné oblasti vlnových délek, soustava čoček slouží jako zobrazovací zařízení. Dle umístění vzorku na držáku rozdělujeme mikroskopy na vertikální, vzorek je umístěn pod objektivem obrázek 11, nebo invertované, kde je vzorek umístěn nad objektivem obrázek 12 [2][1].



Obrázek 11: Mikroskop Olympus BX53M [11].

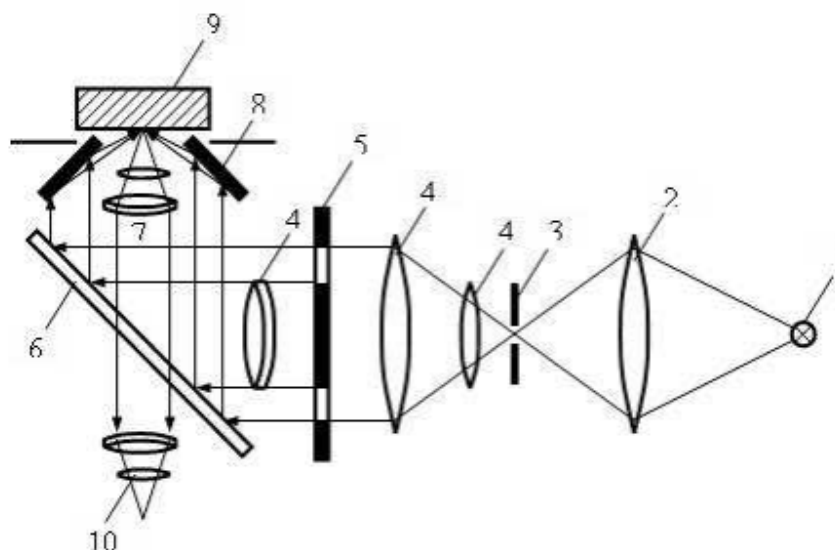


Obrázek 12: inverzní mikroskop Olympus GX51 [11].

Oba mikroskopy mají své využití podle typu vzorku, inverzní mikroskop je výhodný pro svou stabilitu, úsporu místa, a hlavně je zajištěna kolmost osy paprsku na pozorovaný povrch vzorku, díky čemu je celý pozorovaný povrch ostrý. Pozorovaný vzorek se pokládá na pracovní stůl mikroskopu, který je možno posouvat pomocí dvou vzájemně kolmých šroubů, díky toho je možné pozorování v různých místech studovaného vzorku, aniž bychom manipulovali se vzorkem. Zaostřování probíhá zvedáním nebo snižováním pracovního stolku. Nevýhodou je, riziko poškrábání vyleštěné plochy vzorku, protože se dotýká stolku mikroskopu. Také nerovnost výbrusu ovlivňuje kvalitu pozorování [8].

### 2.6.1. Princip světelné mikroskopie

Světelný mikroskop je založen na zákonech geometrické optiky a skládá se ze světelného zdroje, čoček (objektiv, okulár, pomocné čočky), držáku vzorku. Čočky jsou uspořádány tak, aby docíleno potřebného zvětšení, vysoké rozlišovací schopnosti a velké hloubky ostroty. Soustava čoček, která je v blízkosti pozorovacího předmětu, se nazývá objektiv. Soustava čoček, která je v blízkosti oka, a kterou pozorujeme obraz vytvořený objektivem, se nazývá okulár. Schéma inverzního mikroskopu je na obrázku 13 [7].



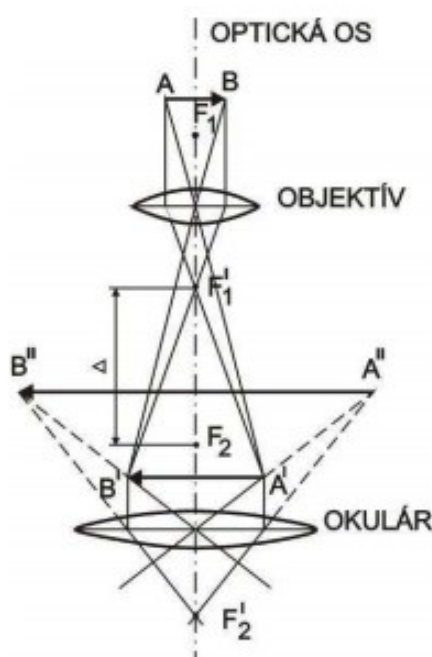
Obrázek 13: Schéma světelného inverzního mikroskopu:

1 - světelný zdroj, 2 - kondenzor, 3 - aperturní clona, 4 - čočky osvětlovací soustavy, 5 - clona, 6 - planparalelní sklo, 7 - objektiv, 8 - zrcadlový kondenzor, 9 - vzorek, 10 - okulár [6].

Základní částí mikroskopu je objektiv, který vytváří zvětšený a převrácený obraz studované struktury. Objektiv se skládá z několika čoček, protože zaostření jednoduchou čočkou není dokonalé. Obraz vytvořený objektivem je dále zvětšený pomocí okuláru. Celkové zvětšení mikroskopu je určeno součinem zvětšení objektivu a okuláru (rovnice 2) [6].

### 2.6.1.1. Zvětšení metalografického mikroskopu

Na obrázku 14 je zjednodušené schéma průchodu světelných paprsků metalografickým mikroskopem. Na schématu je každá soustava čoček naznačená jako jedna čočka, pozorovaný předmět AB se klade mezi dvojnásobnou ohniskovou vzdálenost a ohnisko objektivu. Světelné paprsky vytvářejí po průchodu objektivem obraz A'B' zvětšený, skutečný a převrácený. Tento obraz je umístěn mezi ohniskem a hlavní rovinou okuláru, který má funkci lupy, takže vytvoří zvětšený, neskutečný a vzpřímený obraz A''B'', který vidíme při pozorování předmětu mikroskopem.



Obrázek 14: Zjednodušené schéma průchodu světelných paprsků metalografickým mikroskopem [6].

Výpočet celkového zvětšení mikroskopu určeno rovnicí 1, kde  $l_1$  je lineární zvětšení pro objektiv a  $l_2$  je lineární zvětšení pro okulár [7].

$$\frac{A''B''}{AB} = \frac{A'B'}{AB} \cdot \frac{A''B''}{A'B'} = l_1 \cdot l_2 \quad (1)$$

Z rovnice je zřejmé, jak již bylo řečeno, že zvětšení je dáno součinem zvětšení objektivu a okuláru:

$$Z = Z_{obj.} \cdot Z_{okul.} \quad (2)$$

### 2.6.1.2. Apertura objektivu

Z obrázku 14 plyne, že objektiv zvětšuje přímo předmět, okulár zvětšuje obraz vytvořený objektivem. Každý objektiv světelného mikroskopu je označen velikostí zvětšení a také číselnou aperturou A. V praxi to vypadá např. 12,5 x 0,25, 12,5 značí objektiv zvětšující

12,5krát a číselnou aperturu  $A = 0,25$ . Dva objektivy se stejným zvětšením, ale rozdílnou hodnotou apertury, nemají stejné vlastnosti. Číselnou aperturu udává rovnice 3.

$$A = n \cdot \sin \alpha \quad (3)$$

kde  $n$  je index lomu prostředí mezi objektivem a vzorkem,

$\alpha$  je polovina otvorového úhlu objektivu [3].

Čím větší je otvorový úhel  $\alpha$ , tím větší je množství paprsků, které vstupují do objektivu, a tím lépe můžeme rozlišit jednotlivé detaily pozorovaného předmětu. Číselná apertura je tím větší, čím větší je index lomu použitého prostředí a úhel  $\alpha$  [7].

#### 2.6.1.3. *Rozlišovací schopnost objektivu*

Je to nejmenší vzdálenost dvou bodů, které jsou při pozorování mikroskopem od sebe jasně rozlišitelné. Závisí na vlnové délce použitého světla a na číselné apertuře objektivu. Čím vyšší apertura a čím menší vlnová délka, tím větší je rozlišovací schopnost objektivu i celého mikroskopu. Rozlišovací schopnosti je dána Abbého vztahem:

$$d = \frac{\lambda}{A} \quad (4)$$

kde  $d$  je rozlišovací schopnost,

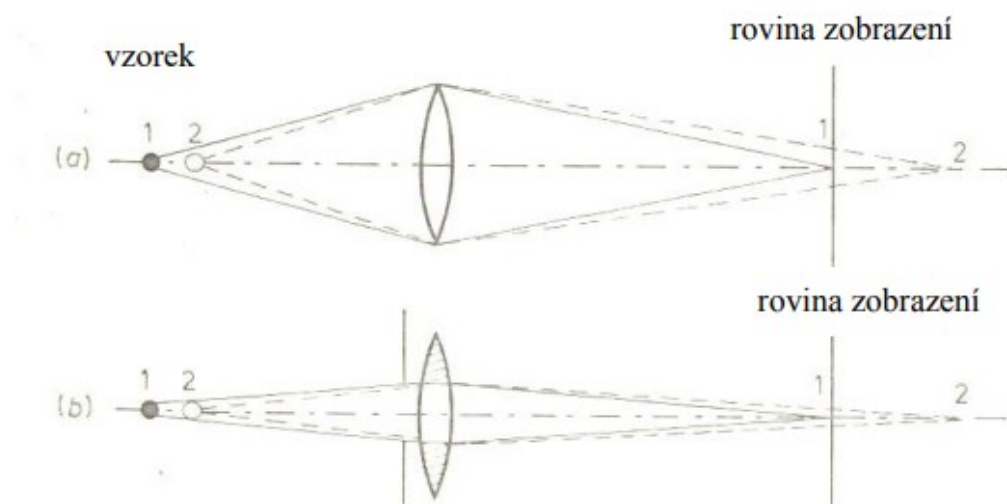
$\lambda$  je vlnová délka použitého světla,

$A$  je číselná apertura [7].

Rozsah vlnových délek viditelného světla leží v rozmezí 400 – 700nm. V případě často používaného „zeleného“ světla vlnová délka činí cca 500nm a rozlišovací schopnost činí cca 500nm. Pro výrazné zlepšení rozlišovací schopnosti mikroskopů je potřeba nahradit světlo zdrojem osvětlení s výrazně kratší vlnovou délkou [10].

#### 2.6.1.4. *Hloubka ostrosti*

V případě nerovnoměrného povrchu vzorku, jsou jednotlivé body objektu v rovině zobrazení tvořeny kroužky. Pro ostré zobrazení je potřeba, aby průměr kroužků v rovině zobrazení byl 0,1 mm, to je mez rozlišení lidského oka. Použitím clony je možné ovlivnit velikost kroužků v rovině, to je znázorněno na obrázku 15. Hloubka ostrosti světelných mikroskopů je malá a zhoršuje se s rostoucím zvětšením, což klade velké nároky na rovinnost metalografických výbrusů [12].

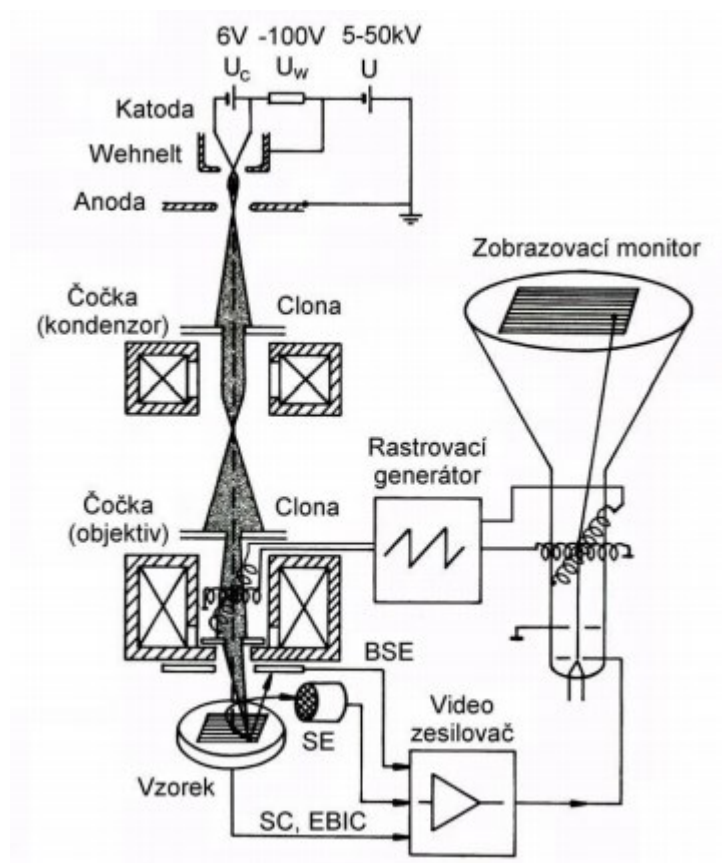


Obrázek 15: a) schéma znázorňující význam pojmu hloubka ostrosti, b) použití cpěje lze hloubku ostrosti světelného mikroskopu zlepšit [12].

## 2.7. Rastrovací elektronová mikroskopie

V elektronovém mikroskopu je oproti světelnému metalografickému mikroskopu světlo nahrazeno proudem elektronů, emitovaným ve vakuu a skleněné čočky jsou nahrazeny elektromagnetickými. Rastrovací (řádkovací) elektronová mikroskopie (SEM – Scanning Electron Microscope) je zařízení, viz schéma na obrázku 16, které využívá pohyblivého svazku elektronů k vyvolání fyzikálního signálu, který je vlastním zdrojem informací o místě dopadu primárního elektronového svazku. Elektrony emitované katodou a urychlované kladným napětím na anodě vytvářejí primární svazek elektronů, který je pomocí elektromagnetických čoček (kondenzory, objektiv) fokusován na povrch vzorku. Aby svazek postupně projížděl bod po bodu, řádek po řádku studovanou plochou je zapotřebí vychylovacích cívek. Pohyb primárního svazku je synchronizován s pohybem elektronového svazku pozorovací obrazovky. Libovolný bod na řádkovaném povrchu vzorku odpovídá bodu na obrazovce, v místě, kde je charakterizován souřadnicemi.

Používá se jako doplněk světelné mikroskopie pro pozorování vzorků, které mohou být objemnější. Umožňuje studovat povrch vzorku ve vysokém rozlišení. Rozlišovací schopnost se udává až kolem 2 nm. Rastrovací elektronový mikroskop může dosáhnout zvětšení 10 000 až 200 000 x s velkou hloubkou ostrosti [12][10].



Obrázek 16: Schéma řádkovacího elektronového mikroskopu s termoemisní tryskou [12].

### 3. Kvalitativní metalografie

Kvalitativní metalografie se zajímá o obsah strukturních složek, fází, a vměstků, které se vyskytují v materiálu. V méně čistém materiálu nebo slitině, tedy v našich reálných materiálech se vyskytují různé vměstky, precipitáty a částice s objemem o několik řádů menším než objem zrn a s odlišným složením. Kromě toho se mohou vyskytovat různé strukturní složky a fáze jako jsou perlit, ferit, austenit atd [13][14].

#### 3.1. Strukturní složky a fáze v ocelích dle metastabilního diagramu $\text{Fe}_3\text{C}$

Uhlík má nejvýznamnější vliv na vlastnosti slitin železa. Rozpouští se v každé z modifikací železa v poměrně malém množství, společně tvoří intersticiální tuhé roztoky s omezenou rozpustností uhlíku. Je-li nad mezí rozpustnosti v železe přítomen jako karbid železa se stechiometrií  $\text{Fe}_3\text{C}$  (říká se mu také cementit), potom mluvíme o metastabilní soustavě železo – uhlík.

Metastabilní soustavu železo – uhlík můžeme popsat pomocí jejího rovnovážného diagramu viz obrázek 17. Z něj lze zjistit, které fáze jsou v rovnováze při konkrétním obsahu C a konkrétní teplotě [15]. V diagramu se vyskytuje pět jednofázových oblastí (tavenina, delta ferit, austenit, ferit a cementit), ostatní oblasti jsou dvoufázové složky (perlit a pro litiny ledeburit a transformovaný ledeburit), a 3 důležité reakce (peritektická, eutektická a eutektoidní):

**Tavenina** – roztavená slitina železa a uhlíku

**Ferit (F)** – intersticiální tuhý roztok  $\text{Fe } \alpha$ , obsahuje max 0,02 hm. % C (proeutektoidní ferit), vzniká z austenitu proeutektoidní oceli, na výbrusu po naleptání je bílý.

**Austenit (A)** – intersticiální tuhý roztok  $\text{Fe } \gamma$ , obsahuje max 2,14 hm. % C, vzniká z taveniny při ochlazování. V rovnovážné struktuře se za normálních teplot nevyskytuje, v ní může být jen ve struktuře nalegované prvkem stabilizujícím austenit (např. Ni).

**Delta ferit** – intersticiální tuhý roztok  $\text{Fe } \delta$  s obsahem 0,1 hm. % C, vzniká z taveniny, za normálních teplot není pozorovatelný.

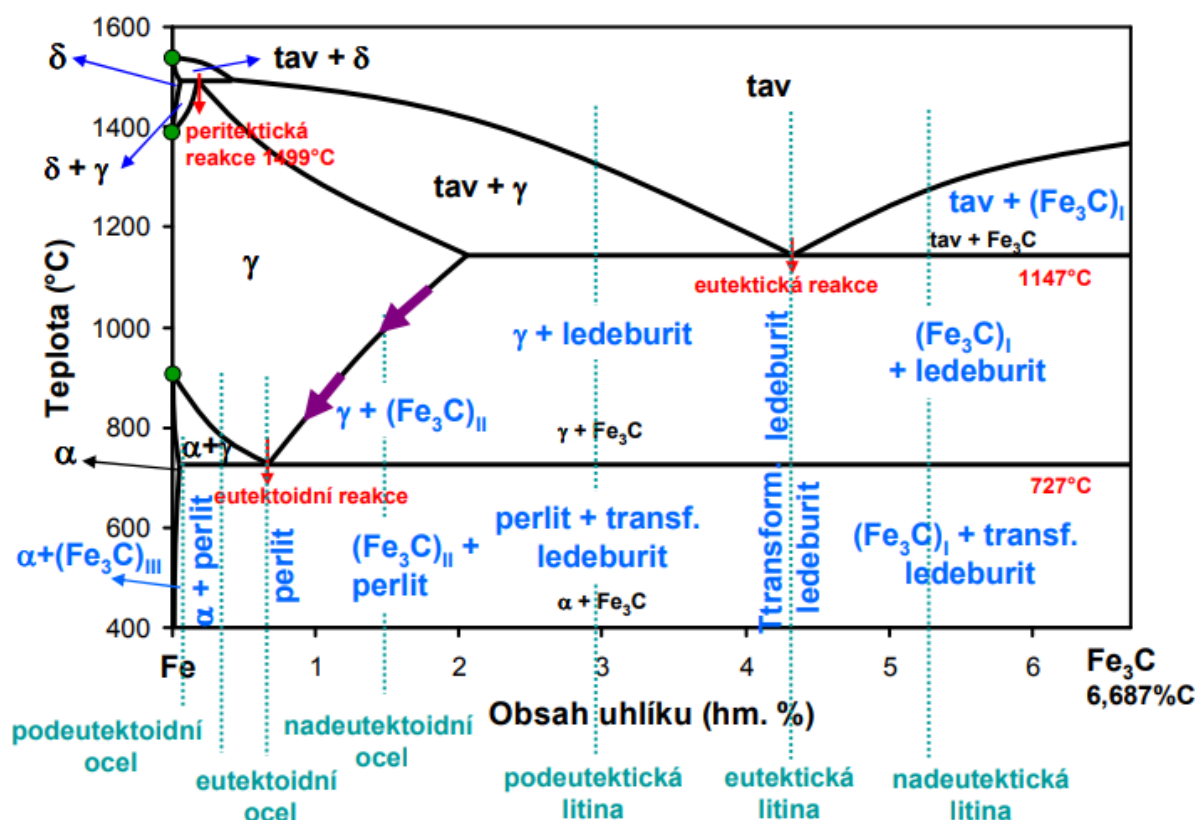
**Cementit** – intersticiální chemická sloučenina železa a uhlíku  $\text{Fe}_3\text{C}$ , obsahuje max 6,68 hm. % C, ve struktuře se jeví jako světlý. Jeho morfologie je většinou podmíněna jinými strukturními složkami a podmínkami vzniku, dle nich rozeznáváme pět druhů cementitu ( $\text{cem}^I$ ,  $\text{cem}^{II}$ ,  $\text{cem}^{III}$ ,  $\text{cem}^L$ ,  $\text{cem}^P$ ).

**Perlit (P)** – jemná směs feritu a eutektoidního cementitu, převážně má lamelární charakter, hustota lamel závisí na rychlosti ochlazování při perlitické přeměně. Ferit i cementit

mají bílou barvu. Při leptání nitalem, se měkčí ferit naleptává rychleji než cementit. Vystupující desky cementitu vrhají při šikmém osvětlení stín, struktura získává vzhled střídajících se osvětlených a tmavých prvků. U jemného perlitu se jeví celé zrna jako tmavé až černé podle hustoty lamel.

**Peritektická reakce** – probíhá při teplotě 1499 °C během jejího průběhu se tavenina a vzniklý delta ferit přemění na austenit. Probíhá pro oceli jejichž obsah uhlíku je mezi 0,1 – 0,51 hm. %. Týká se jen podeutektoidních ocelí.

**Eutektoidní reakce** – probíhá při teplotě 727 °C, během ní se austenit přemění na směs dvou fází, a to feritu a cementitu neboli perlit. Probíhá ve všech slitinách železa s obsahem uhlíku mezi 0,02 – 6,687 hm. %, krom oceli s obsahem uhlíku do 0,02 hm. %. [7]



Obrázek 17: Rovnovážený metastabilní diagram  $Fe_3C$ [13].

### 3.1.1. Základní strukturní charakteristiky ocelí

Podle metastabilního rovnovážného diagramu Fe- $Fe_3C$  jsou jednotlivé struktury ocelí dle množství uhlíku při pokojové teplotě, které byly chlazeny na vzduchu tvořeny:

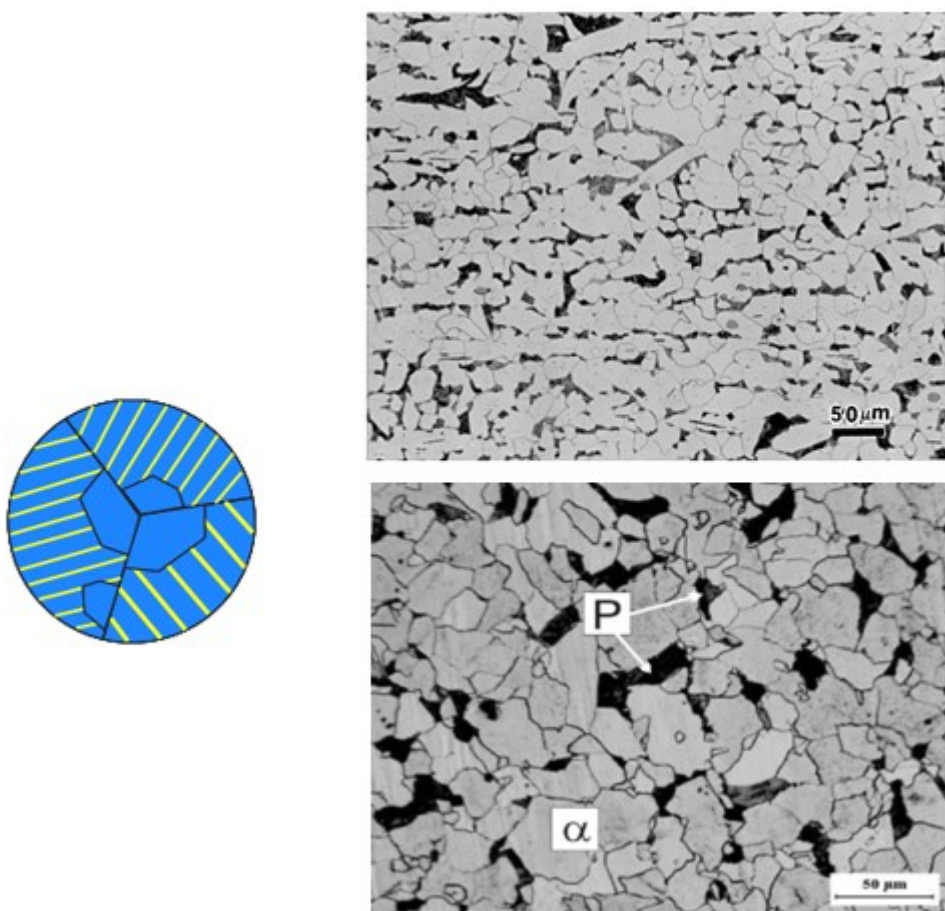
**Ocel (podeutektoidní)** s obsahem uhlíku do 0,765 hm. %. Během chlazení se prvně vylučuje ferit neboli proeutektoidní ferit, v průběhu poklesu teploty bude ferit přibývat a austenit ubývat. Také se mění chemické složení obou fází, převážně austenitu, který se obohacuje uhlíkem. Při eutektoidní teplotě se zbylý austenit promění na perlit. Struktura je



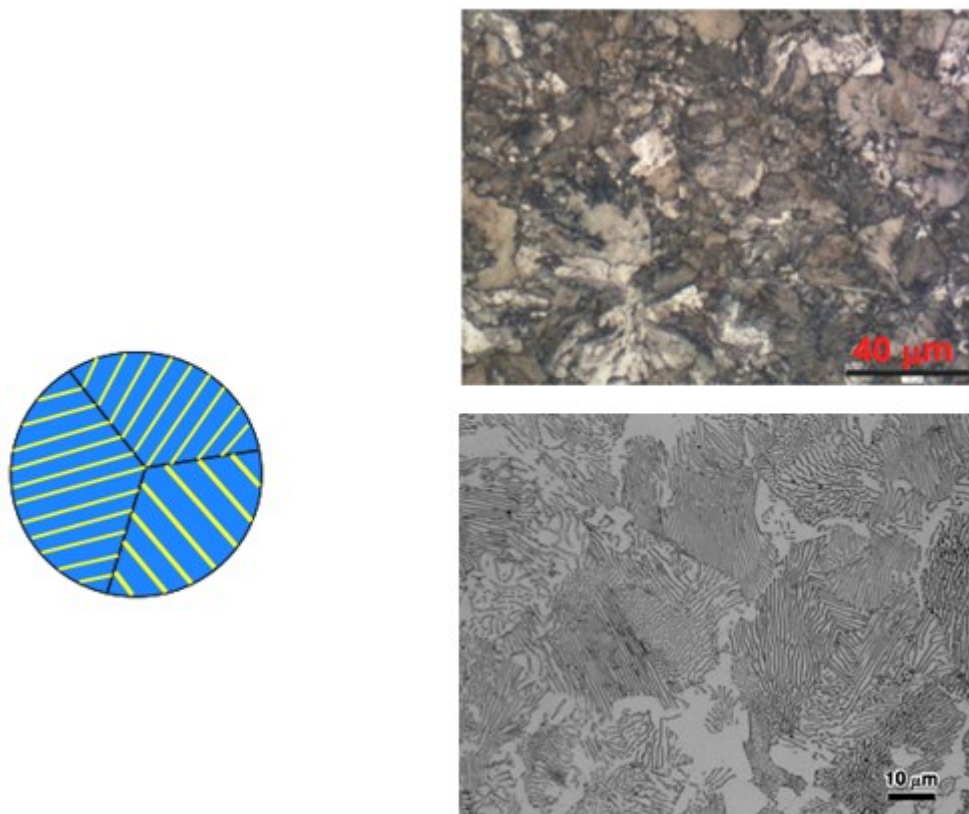
tedy tvořena proeutektoidním feritem a perlitem (zobrazena na obrázku 18), jejich poměr se mění dle obsahu uhlíku v oceli.

**Ocel (eutektoidní)** s obsahem uhlíku 0,765 hm. %. Při eutektoidní teplotě dojde k přeměně veškerého austenitu na perlit, tedy směs feritu a cementitu s lamelární morfologií, viz obrázek 19.

**Ocel (nadeutektoidní)** s obsahem uhlíku od 0,765 – 2,11 hm. %, tvořená perlitem a sekundárním cementitem [13]**Chyba! Nenalezen zdroj odkazů..**



Obrázek 18: Schéma a skutečná mikrostruktura podeutektoidní oceli [13][16][17].**Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**



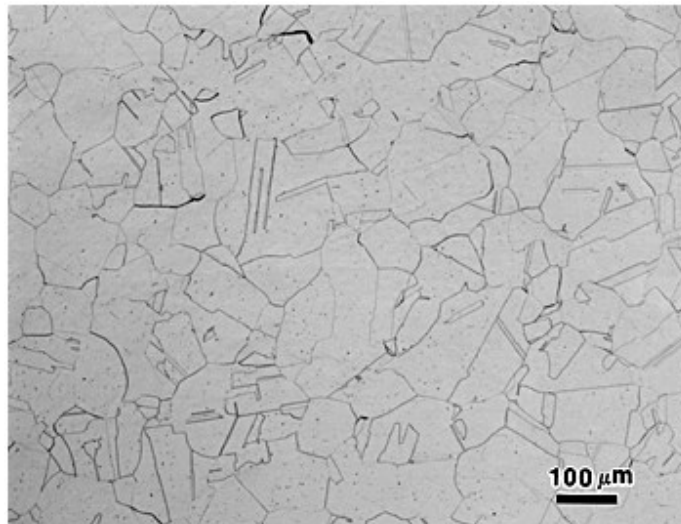
Obrázek 19: Schéma a skutečná mikrostruktura eutektoidní oceli [13][16].

### 3.1. Fázové přeměny slitin železa v tuhém stavu

Železo je materiál, u kterého dochází v pevném stavu, zejména v závislosti na teplotě, k přeměně krystalové mřížky. V pevném stavu má více typů krystalových mřížek, tudíž můžeme říct, že má více krystalových modifikací. Jev, kdy materiál má více než jednu krystalovou modifikaci, se nazývá polymorfie. Fázovou přeměnou v pevném stavu se nazývá děj, při kterém dochází ke změně modifikace neboli přeměna modifikace s jednou krystalovou mřížkou na modifikaci s jinou krystalovou mřížkou. Železo má 3 modifikace, a to  $\text{Fe } \alpha$ ,  $\text{Fe } \gamma$ ,  $\text{Fe } \delta$  [13].

### 3.2. Fázové přeměny austenitu při ochlazování

**Austenit** – při tavení se vyskytuje od  $911\text{ }^{\circ}\text{C}$  –  $1392\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Jeho transformace na různé produkty probíhá v závislosti na chemické konstituci a rychlosti ochlazování. Mikrostrukturu austenitu prezentuje obrázek 20.



Obrázek 20: Austenitická struktura [16].

Při ochlazování materiálů v pevném stavu rozlišujeme dva způsoby ochlazování, a to izotermické nebo anizotermické.

**Izotermické** ochlazování probíhá při konstantní teplotě výdrže, je dělena do tří etap, kdy materiál nejprve z dané teploty rychle ochladíme na zvolenou teplotu. Na této teplotě proběhne výdrž (izotermická), což znamená, že materiál na této teplotě určitou dobu setrvá. Poslední etapou je ochlazování z teploty izotermické na teplotu okolí. **Anizotermické** ochlazování probíhá při plynulém poklesu teploty.

Tyto dva způsoby ochlazování se dále dělí dle různé rychlosti ochlazování, nebo při různých teplotách izotermické výdrže, na ochlazování pomalé, střední a rychlé. Během těchto ochlazování vznikají tři nové přeměny. Tyto tři druhy přeměn jsou jak pro izotermické, tak pro anizotermické podmínky.

**Perlitická přeměna** – při pomalém ochlazování. Při ní vzniká z austenitu perlit neboli směs feritu a cementitu a obě tyto fáze vznikají difúzním mechanismem.

**Bainitická přeměna** – při středně rychlém ochlazování. Při této přeměně vzniká z austenitu bainit, jedná se opět o směs feritu a cementitu. Ferit vzniká smykovým mechanismem a cementit vzniká difúzním mechanismem.

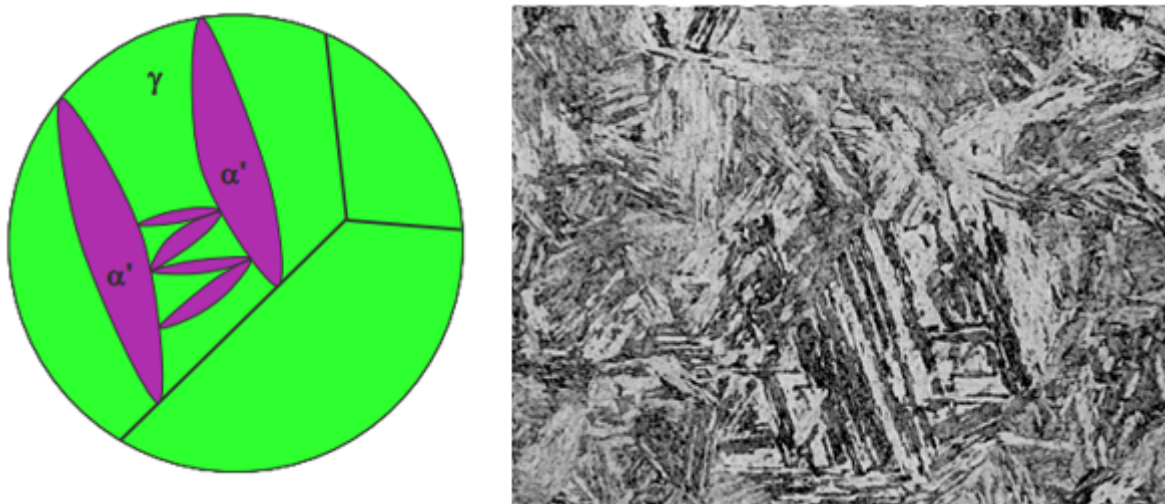
**Martenzitická přeměna** – při rychlém ochlazování. Při ní vzniká martenzit, tedy jedna fáze, a to výhradně smykovým mechanismem.

Dle výše zmíněných fázových přeměn austenitu vznikají nové fáze:

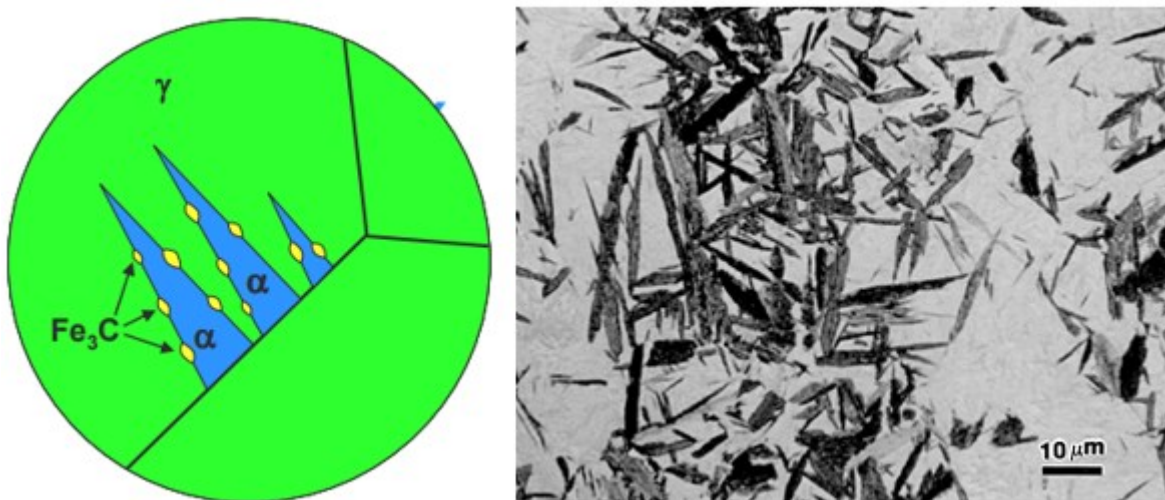
**Martenzit (M)** – je nerovnovážný přesycený tuhý roztok uhlíku v železe  $\alpha$ , vzniká při teplotách, kdy už není možná difuze substitučních ani intersticiálních prvků, jeho struktura je

na obrázku 21.

**Bainit (B)** – je směs přesyceného feritu a karbidů nelamelárního typu, vzniká během rozpadu austenitu při středně velkém ochlazování, při níž dochází k difuzi uhlíku. Strukturu můžeme vidět na obrázku 22 [14][18].



Obrázek 21: Schéma a skutečná mikrostruktura martenzitu [13][16].

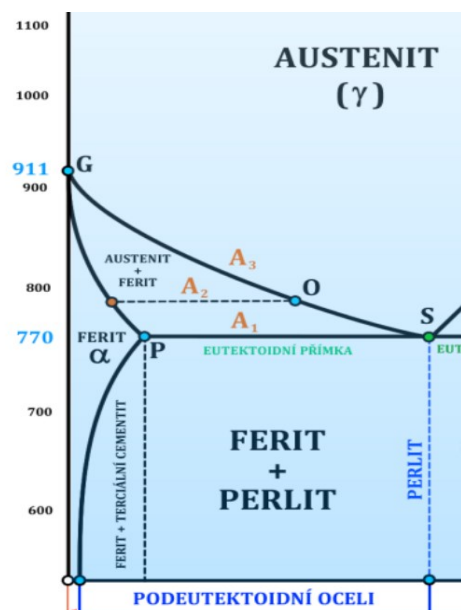


Obrázek 22: Schéma a skutečná mikrostruktura bainitu [13][16].

Další produkty fázové transformace  $\gamma \rightarrow \alpha$  jsou například alotriomorfní ferit, idiomorfní ferit a masivní ferit.



**Alotriomorfní ferit (ATF)** – vzniká difuzně mezi teplotami  $A_3$  až  $A_1$ , tyto teploty jsou zobrazeny na obrázku 23. Vzniká intergranuálně, tedy vždy na hranicích sousedních  $\gamma$ -zrn a roste podél nich. Jednotlivá zrna se poměrně snadno setkávají, spojují se a tím mohou tvořit souvislé síťoví [18][13].



Obrázek 23: Diagram železo-uhlík, teplota transformace  $A_1$ - $A_3$  [18].

### 3.1. Typy vměstků

Nekovovými vměstkami obvykle nazýváme částice příměsí v oceli. Podle vzniku rozdělujeme vměstky na endogenní vměstky, to jsou částice, které vznikají v tekuté oceli jako zplodiny dezoxidačních reakcí a jsou součástí strusky. A exogenní vměstky, ty jsou částice, které se do kovu dostávají z vyzdívky, licích kanálků. Od endogenních vměstků se liší hlavně velikostí, jsou až řádově větší a mají nahodilé tvary. Endogenní vměstky jsou tvořené fázemi, které vznikají v tavenině při poklesu rozpustnosti síry, kyslíku a dusíku a při chemických reakcích těchto prvků s prvky přítomnými v tekuté oceli. Podle doby vzniku vměstků v průběhu metalurgického procesu rozeznáváme vměstky primární, sekundární a terciální. Vměstky také rozdělujeme do pěti typů, typ A – sulfidy, typ B – oxidy řádkové, typ C – oxidy tvárné neboli silikáty, typ D – globulární oxidy a typ DS – typ jednotlivých globulí. Mezi kvalitativní charakteristiky řadíme rozměr, barvu a tvrdost vměstku, které je možné sledovat na ne naleptaném metalografickém výbrusu. Vměstky ovlivňují krystalizaci, lámavost za tepla a tvárnost, svařitelnost, obrobitelnost, odolnost proti únavovému křehkému porušení [7].

## 4. Kvantitativní metalografie

Kvantitativní metalografie se zajímá o kvantitativní charakteristiky jednotlivých fází a složek. Jelikož kvalitativní popis struktury není v dnešní době ve spouště případech dostatečný, jsou nezbytné kvantitativní hodnocení ke zkoumání souvislosti mezi mikrostrukturou a vlastnostmi materiálu. Při analýze neprůhledných materiálů musíme vycházet pouze z 2D rovinných řezů prostorovou strukturou. Tato rovina protíná jednotlivé fáze i složky v náhodných řezech a neposkytne nám představu o jejich skutečných rozměrech. Proto je potřeba provést statistickou analýzu dostatečného počtu naměřených hodnot, abychom potřebnou představu získali [12].

Kvantitativní metalografie využívá obecných zásad stereologie, to je matematické metodiky, která převede obraz získaný pozorováním a proměřením rozměrů a tvarů strukturních objektů v rovině výbrus. Poskytuje nám důležité informace o struktuře materiálu jako jsou obsah vměstků, velikost zrna, množství jednotlivých fází a jiné. K tomuto účelu se používají různé analýzy kvantitativního hodnocení mikrostruktury, a to čistota kovů, stanovení velikosti zrna a stanovení fázového složení. Každá z těchto analýz se dále dělí na jednotlivé metody, které jsou rozepsány dále.

S rozvojem počítačových metod byla kvantitativní metalografie dále propracována a plně automatizována. Pro zpracování informací, které získáme z hodnocení struktury, používáme matematickou statistiku [1].

### 4.1. Čistota kovů

Čistotou kovového materiálu, která je normována dle ČSN EN ISO 8501-1, se rozumí jeho obsah nekovových vměstků. Nejde jen o jejich množství, ale i o jejich druh, velikost a distribuci. Jedním z nejdůležitějších problémů spojených s kvantitativním hodnocením nekovových vměstků je jejich nízký objemový podíl. Je známo že 98 % nekovových vměstků je menšího rozměru než  $0,2\ \mu\text{m}$  a na běžném metalografickém mikroskopu nejsou pozorovatelné. Díky toho je velmi náročné hodnotit nekovové vměstky kvantitativními metodami, a proto se k hodnocení používá metoda srovnávací [7][12].

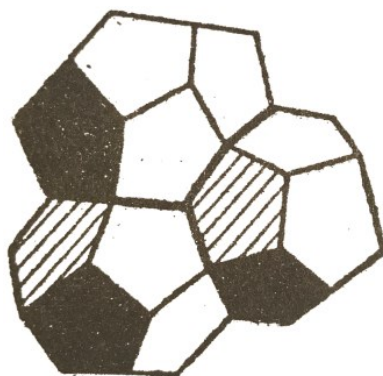
#### 4.1.1. Srovnávací metoda

Srovnávací metoda dle normy ČSN ISO 4967, spočívá v porovnávání ne naleptaného pozorovaného pole s etalonovými řadami uvedenými v dané normě a ze samostatného posouzení každého typu vměstku. Schematická zobrazení odpovídají čtvercovým obrazovým polím o ploše  $0,5\ \text{mm}^2$ . Hodnocení se provádí při zvětšení 100x srovnáváním obrazu

zkoumaného vzorku s příslušnými etalonovými řadami nesoucích označení A, B, C, D a DS. Těchto pět skupin reprezentuje typy a morfologie nejčastěji pozorovaných vměstků, jejich popis je v kapitole typy vměstků. Při klasifikaci vměstků se vychází pouze z jejich tvaru a odrazivosti světla [7].

## 4.2. Stanovení velikost zrna

Při tuhnutí kovu vzniká v tavenině velké množství krystalových zárodků, které jsou vzájemně náhodně krystalograficky orientovány. Po určité době je růst krystalů znemožněn, díky sousedním krystalům. Krystaly jsou od sebe odděleny hranicemi, které na metalografickém výbrusu vytváří síťový tvar uzavřených mnohoúhelníků a nazýváme je zrna. Obvykle mají polyedrický tvar, který je znázorněn na obrázku 24 [7][12].



Obrázek 24: Schematické znázornění velikosti zrna [7].

Pro stanovení velikosti zrna můžeme předpokládat, že velikost zrna je střední velikost náhodných průřezů zrn v rovině výbrusu. Vzhledem k tomu, že zrna mají různou velikost i tvar, je výpočet celkem složitý. Mezi metody určení velikosti zrna patří metoda srovnávací, metoda planimetrická (počítání zrn) a metoda lineární. Díky rozvoje počítačových metod je možné tento výpočet provést pomocí automatizačních metod. Pro zpracování informací, které získáme z hodnocení struktury, používáme matematickou statistiku [1][2].

### 4.2.1. Srovnávací metoda

Velikost zrna se vyjadřuje středním průměrem zrna, počtem zrn na 1 mm<sup>2</sup> plochy výbrusu nebo číslem velikosti zrna. Tuto metodu používáme dle normy ČSN EN ISO 643, kdy velikost zrna v hodnoceném vzorku se stavuje srovnáním s referenčními obrazy normalizovaných struktur s definovanou velikostí zrna při zvětšení 100x.

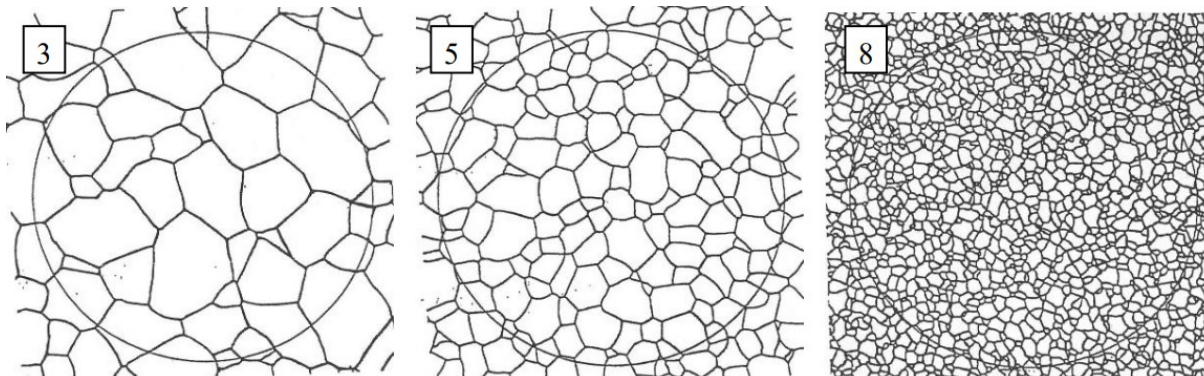
Vzorec pro výpočet velikosti zrna je:

$$m = 8 \cdot 2^G \quad (5)$$

kde G je velikost zrna, odvozená z čísla m, které vyjadřuje počet zrn, zjištěných na ploše

1 mm<sup>2</sup> výbrusu vzorku [7].

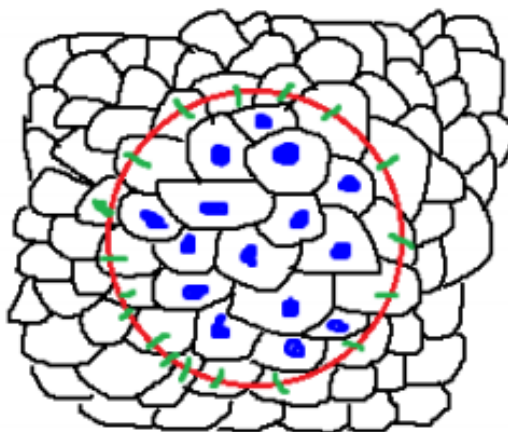
Hodnoty velikosti zrna se mohou pohybovat od čísla -7 do 17. Čím je číslo menší tím větší udává velikost a naopak. Pokud se zvýší číslo velikosti zrna o jeden stupeň, zvýší se hodnota m dvojnásobně. Etalony pro velikosti zrna G 3, 5 a 8 jsou uvedeny na obrázku 25 [12].



Obrázek 25: Etalony pro velikost zrna G = 3, 5 a 8 dle ČSN EN ISO 643 [12].

#### 4.2.2. Planimetrická metoda

Planimetrická neboli metoda sčítání zrn. Velikost zrna se stanovuje na základě počítání zrn v jednotce plochy výbrusu. Při 100 x zvětšení se ohraničí pole ve tvaru: kruh o průměru 79,8 mm, čtverec o straně 70,7 mm nebo obdélník o stranách 59,8 x 83,6 mm, ve kterém budou zrna počítána, Jako první se určí počet celých zrn uvnitř objektu  $n_1$  a počet zrn proťatých hranicemi zvoleného obrazce  $n_2$  viz obrázek 26 [13].



Obrázek 26: Grafické znázornění zrn při použití kruhu [19].

Poté je potřeba vypočítat dle vzorců celkový počet zrn na ploše 5000 mm<sup>2</sup> při 100 x zvětšení  $n_{100}$  pro kruh:

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} \quad (6)$$

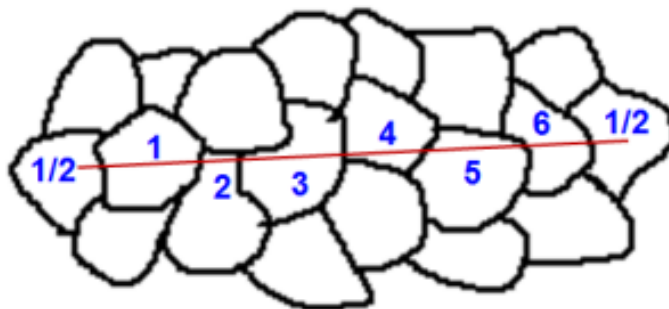
Počet zrn na 1 mm<sup>2</sup> plochy výbrusu m:



$$m = 2 \cdot n_{100} \quad (7)$$

#### 4.2.3. Lineární metoda

Při zvětšení  $g$  se zkušební čarou o známe délce, zjistí počet protnutých úseků zrn  $N$  viz obrázek 27. Zkušební čáry mohou mít libovolnou délku, také může být použita úsečka, kružnice, nebo jejich kombinace. U rovnoosých zrn je dostatečné použití přímky, pro zrna protáhlého tvaru, používáme kříž, nebo normovaný měřicí rastr.



Obrázek 27: Grafické znázornění počítání zrn při použití lineární metody [19].

$N$  je 1 pokud zkušební čára prochází zrnem, pokud končí uvnitř zrna nebo se dotýká hranice zrna je  $N$  0,5. Tímto způsobem se spočítá počet zrn. Velikost zrna poté vypočítáme vztahem:

$$\bar{d} = L \cdot g^{-1} \cdot N^{-1} \quad (8)$$

Kde  $d$  je průměrná velikost zrna,

$L$  je celková délka úseček nebo kružnic

$g$  je zvětšení

$N$  je celkový počet zrn [12].

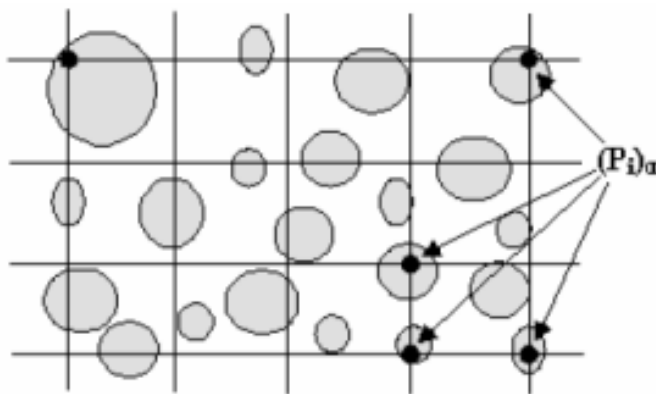
#### 4.3. Stanovení fázového složení kovů

Při stanovování fázového složení kovu se předpokládá, že zjištěné plošné obsahy jednotlivých strukturních součástí jsou úměrné jejich objemům. Pro stanovení fázového složení používáme bodovou metodu, lineární metodu a plošnou metodu [7].

##### 4.3.1. Bodová metoda

Je nejjednodušší z uvedených metod, pracuje s bezrozměrnými údaji. Na sledovanou fotografii struktury se přikládá síť pravidelně uspořádaných bodů a zjišťuje se, zda analyzovaná fáze je nebo není přítomna v místě těchto bodů. U pravidelné sítě je třeba volit mezibodovou vzdálenost větší, než je střední rozměr zrna, aby dva body nepadly na totéž zrno. Podíl bodů

připadajících na danou fázi u celkového počtu bodů zvolené sítě se rovná objemovému podíl této fáze ve zkoumané struktuře. Pro přesné vyhodnocení struktury se pořídí minimálně 10 metalografických fotek z různých míst vzorku. Na obrázku 28 je schéma bodové metody. Z jednotlivých měření se vypočítá hustota bodů  $V_\alpha$  z rovnice 9 a poté se vypočítá aritmetický průměr, směrodatná odchylka SD a statistická chyba měření CI v rovnici 10 [3].



Obrázek 28: Bodová metoda [12].

$$V_\alpha = \frac{\sum (P_i)_\alpha}{\sum (P)} \quad (9)$$

kde  $\sum (P_i)_\alpha$  je počet bodů, které padly do fáze  $\alpha$ .

$\sum (P)$  je počet všech bodů [12].

$$95\% \text{ CI} = 1,96 \cdot \frac{SD}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

kde SD je směrodatný odchylka

1,96 je koeficient intervalu spolehlivosti 95%

n je počet měření

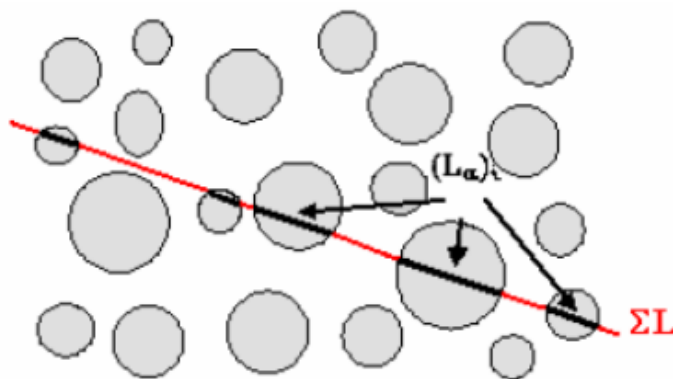
#### 4.3.2. Lineární metoda

Její podstatou je měření délek úseček, které protínají jednotlivé druhy fází na metalografickém snímku, pomocí rovné čáry, nebo řadou sečných čar. Pro každou fázi struktury sčítáme délky těchto úseček samostatně a součty dělíme celkovou délkou sečných čar, viz obrázek 29. Výsledky se budou rovnat podílu plochy výbrusu podle Cavaglieriho-Ackerova pravidla. Čáry by neměly být v podobě rovnoběžné sítě a vedeny ve stejné vzdálenosti od sebe. Důraz je kladen na to, aby zasahovaly celou svou plochou na zkoumaný vzorek a byly stejnoměrně rozloženy [12]. Výpočet lineárního zlomku rovnice 11:

$$(L_L)_\alpha = \frac{\sum (L_\alpha)_i}{\sum (L)} \quad (11)$$

kde  $(L_L)_\alpha$  je délka sečných čar protnutých fází  $\alpha$

$\sum(L)$  je délka všech sečných čar [12]



Obrázek 29: Lineární metoda [12].

#### 4.3.3. Plošná metoda

Vychází ze stejného principu jako planimetrická metoda. Plocha, kterou na jednotce plochy výbrusu zaujímá sledovaná fáze, je ekvivalentní objemu, který tato fáze zaujímá v jednotce objemu vzorku. Tato metoda je vcelku náročná, díky pokroku techniky je možné tuto metodu využít pomocí počítačové výpočetní techniky. K tomu slouží programové softwary, jako je například Image Pro, pomocí které lze také změřit velikost zrn [3].

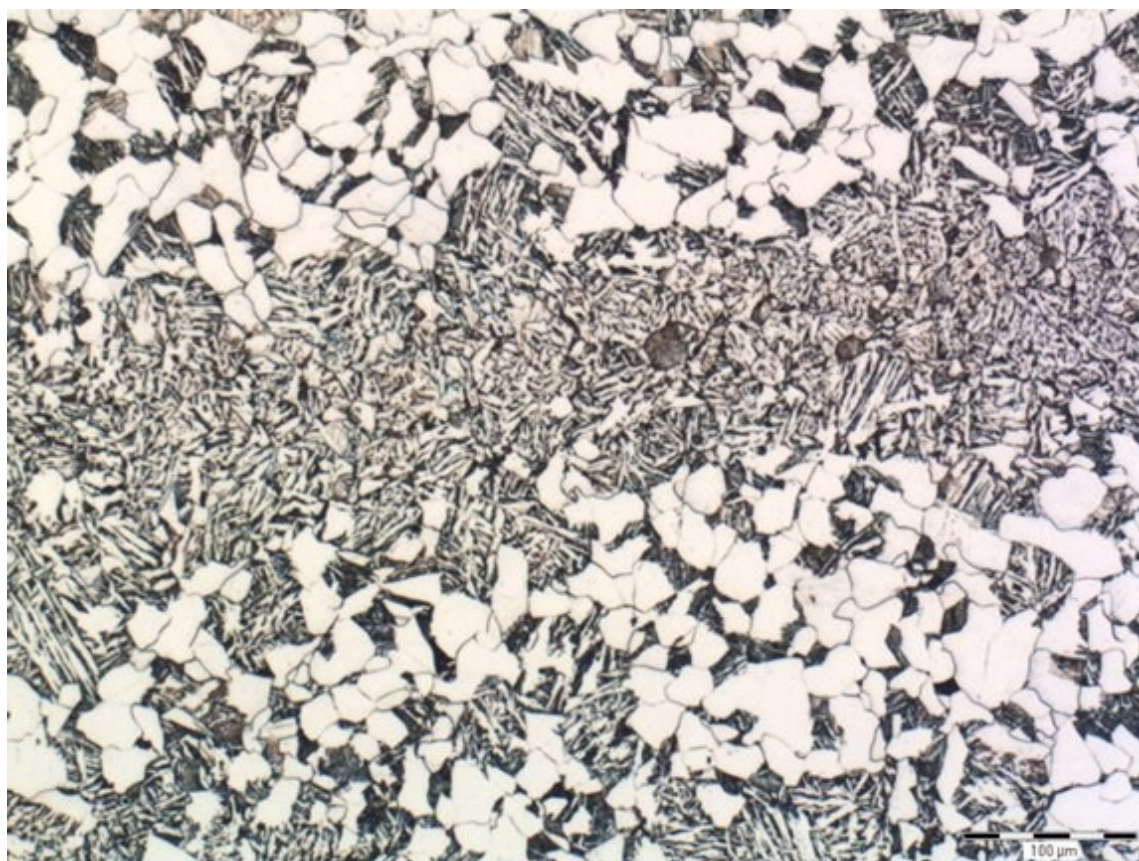
## 5. Metalografický rozbor – experimentální část

### 5.1. Cíl práce

Cílem experimentální práce bylo zjistit, jaký má vliv velikost původního austenitického zrna po austenitizaci při rozdílných teplotách, na vznik proeutektoidního feritu, který vznikl během rozpadu austenitu při teplotě 750 °C. Bodovou metodou vyhodnotit objemové množství vzniklé fáze ve struktuře a s pomocí softwaru pro obrazovou analýzu (Image Pro) stanovit velikost původního austenitického zrna.

### 5.2. Použitý materiál

Studium strukturních změn po rozpadu austenitu při teplotě 750 °C, která se nachází v interkritické oblasti teplot ( $A_3 - A_1$ ), bylo provedeno na vzorcích nízkolegované oceli 15020 dle ČSN 41 15020 (ocel 16Mo3 dle EN 10216-2). Chemické složení studované tavby je uvedeno v tab. 2. Mikrostruktura výchozí kované tyče zobrazena na obrázku 30, byla tvořena směsí feritu, perlitu a bainitu.



Obrázek 30: Mikrostruktura oceli – směsi feritu, perlitu a bainitu

Tabulka 2: Chemické složení studované tavby oceli 15020, hm. %

C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	N
0,15	0,63	0,23	0,011	0,006	0,16	0,29	0,16	0,15	0,008

Studium rozpadu austenitu bylo provedeno na kalicím dilatometru DIL 805A firmy Bähr absolutní metodou, tj. metodou přímého snímání délkové roztažnosti vzorku v závislosti na teplotě. Byly použity zkušební vzorky o rozměrech Ø 4 mm x10 mm.

V rámci experimentu byl studován vliv austenitizace na dvou teplotách (950 °C a 880 °C) na množství feritu vzniklého rozpadem austenitu při izotermické prodlevě po dobu 240 s na teplotě 750 °C.

Režimy dilatometrických testů austenitizovaných vzorků jsou uvedeny v tab. 3. Po dosažení teploty 80 °C byly vzorky volně dochlazeny na vzduchu.

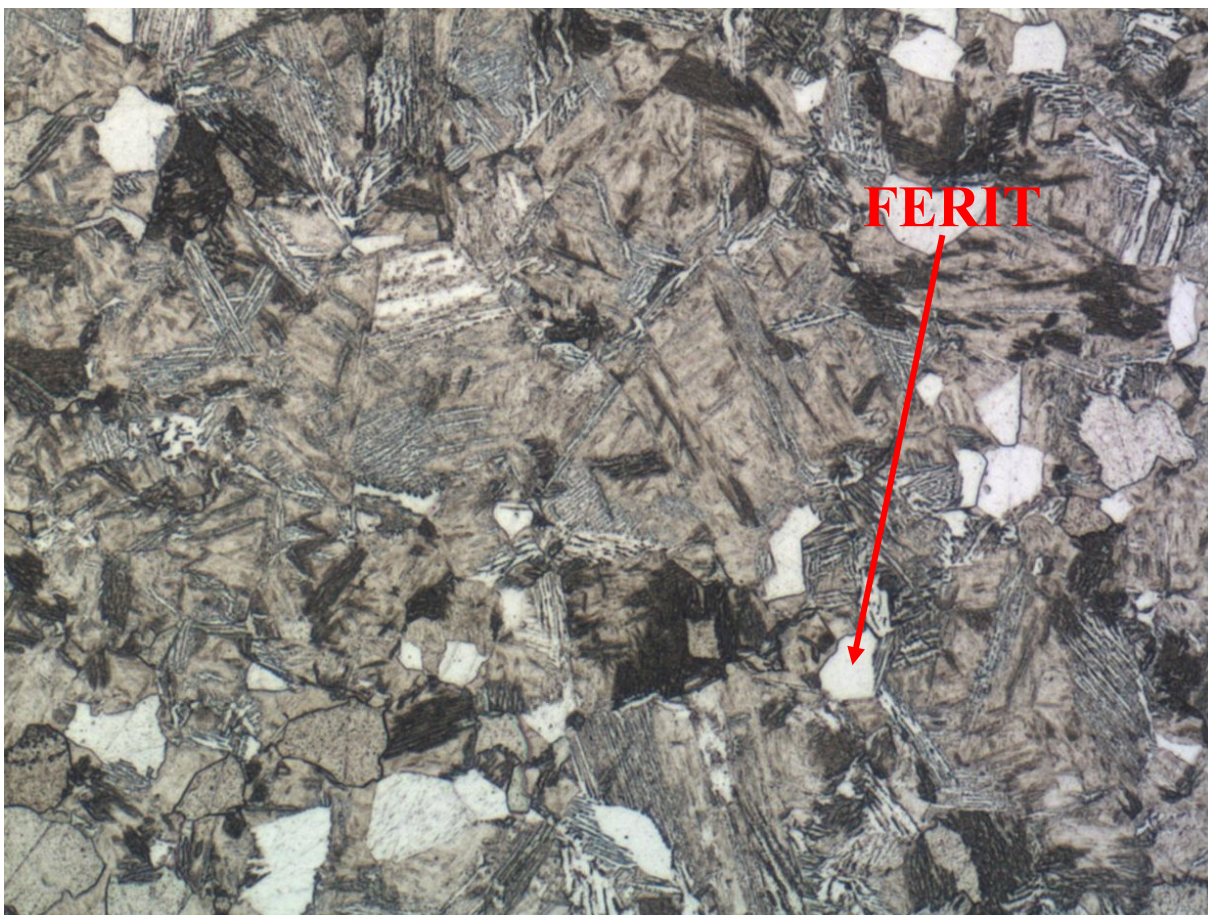
Tabulka 3: Režimy dilatometrického testu vzorku austenitizovaného na teplotě 950 °C

Označení vzorku	Teplota austenitizace [°C]	Výdrž [min]	Rychlost ochlazování [°C/s]	Teplota [°C]	Výdrž [s]	Rychlost ochlazování [°C/s]
A240	950	15	23-25	750	240	25
B240	880	15	23-25	750	240	25

Metalografické hodnocení bylo provedeno na příčných řezech jednotlivými dilatometrickými vzorky, které byly zafixovány v bakelitu. Mikrostrukturní analýza dilatometrických vzorků byla provedena po jejich naleptání v 2 % Nitalu. Mikrostruktura vzorků po dilatometrických testech byla tvořena směsí proeutektoidního feritu a základní složky (martenzit, bainit), obrázek 31. Útvary feritu vznikaly v průběhu izotermické výdrže na teplotě 750 °C, rychlé ochlazení z teploty interkritického žhání umožnilo zafixovat strukturní stav na konci žhání. Dominantní morfologie feritických útvarů odpovídala alotriomorfnímu feritu. Na každém vzorku bylo nasnímáno 15 obrázků pro kvantitativní stanovení podílu feritu při zvětšení 200x.

V rámci metalografického rozboru bylo rovněž provedeno stanovení velikosti původního austenitického zrna pro obě aplikované teploty austenitizace (950 °C a 880 °C). Pro toto hodnocení byly připraveny vzorky s krátkou dobou (15 s) izotermického rozpadu austenitu na teplotě 750 °C, kdy byla mikrostruktura převážně tvořena základnou složkou.



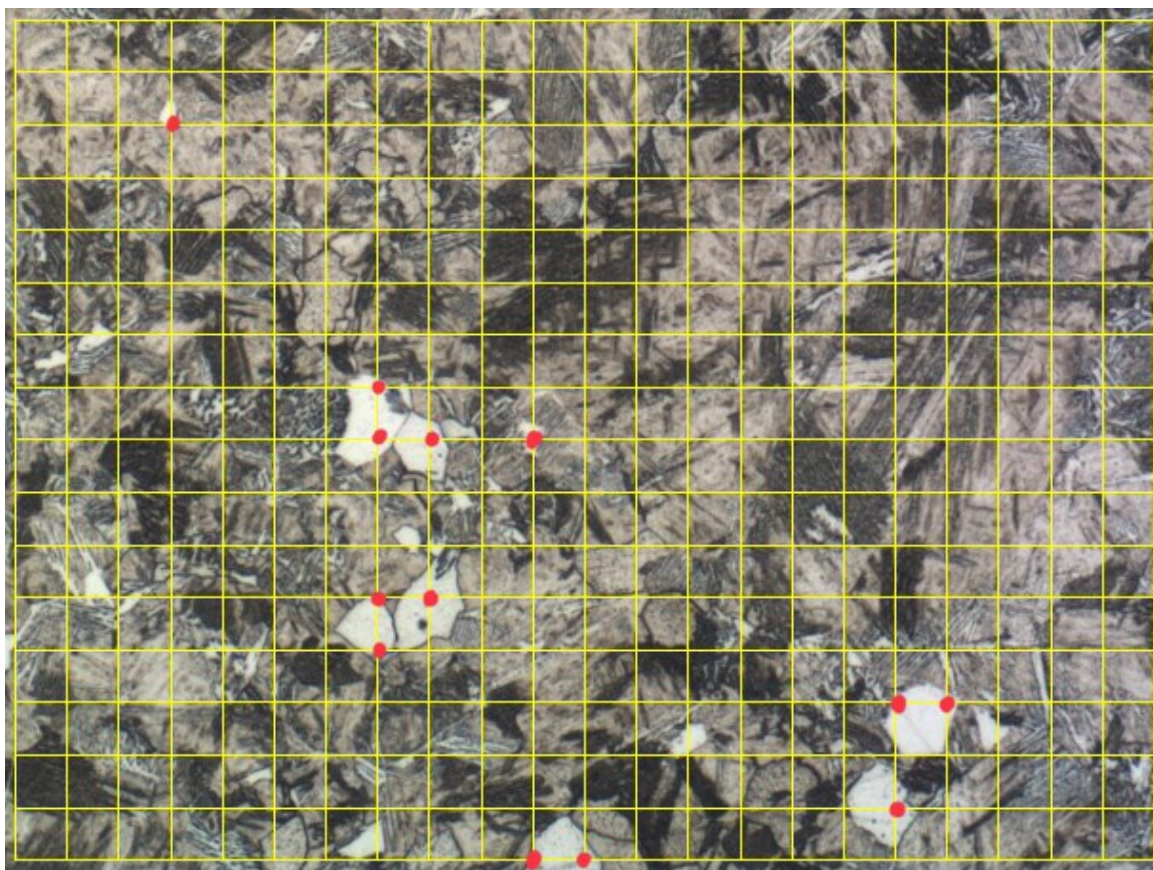


*Obrázek 31: Mikrostruktura směsí proeutektoidního feritu a základní složky (martenzit, bainit).*

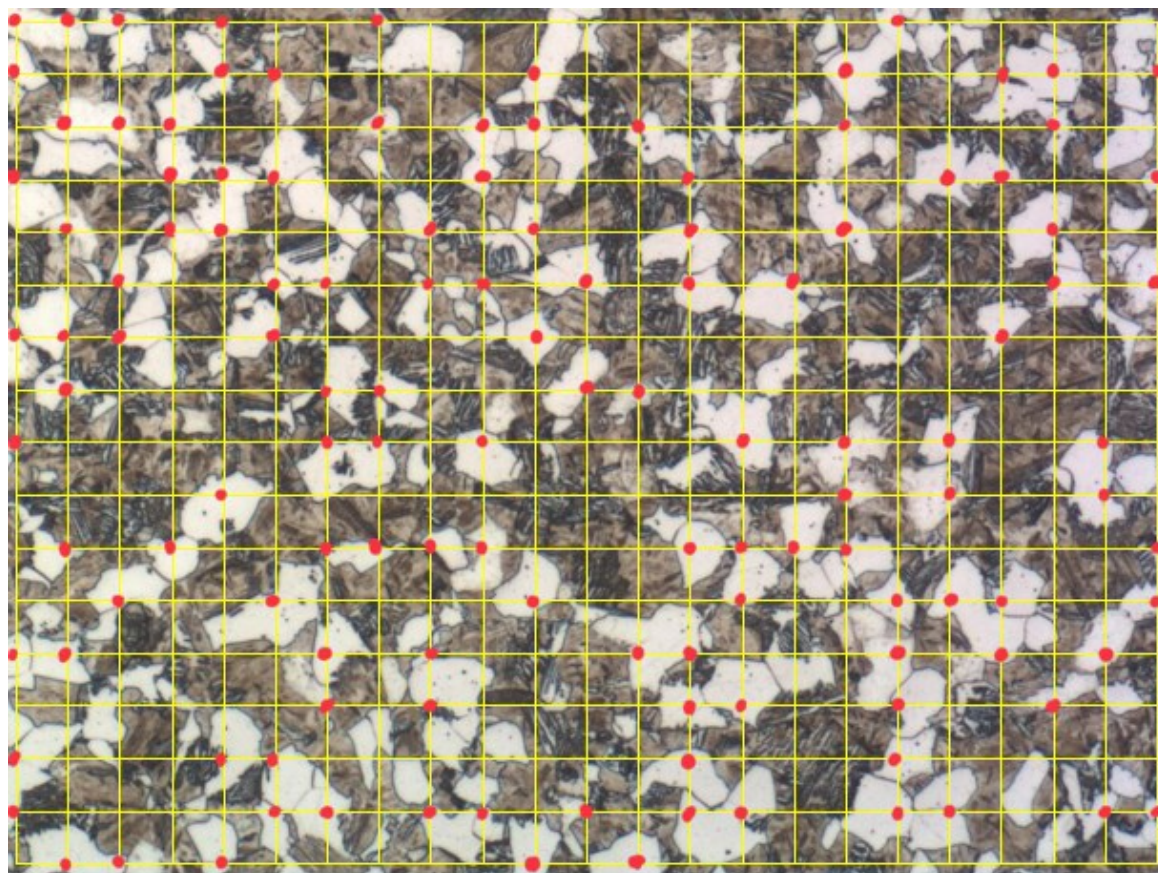
### **5.3. Vyhodnocení podílu proeutektoidního feritu**

Na všech pořízených 15 snímcích obou vzorků A240 a B240 bylo provedeno hodnocení pomocí bodové metody, a to přiložením mřížky o 391 bodech na fotografii struktury. Na obrázcích 32 a 33 jsou uvedeny jednotlivé struktury hodnocených vzorků. Každý bod nacházející se v hodnotící fázi feritu byl červeně označen, toto hodnocení proběhlo na všech 15 snímcích každého vzorku. Po vyhodnocení všech snímků byly všechny body na jednotlivých snímcích sečteny. Pomocí rovnice 9 hustoty bodů  $V_a$ , byla vypočtena poměrová hustota bodů pro každý snímek zvlášť. Tyto hodnoty byly potřebné pro statistický výpočet směrodatné odchylky a chyby měření. Z hodnot hustoty bodů byl vypočítán aritmetický průměr, který určuje podíl feritu v daném vzorku. Dále byla statisticky spočítána směrodatná odchylka SD z celého souboru dat jednotlivých vzorků A240 a B240. A na závěr byla spočítána chyba měření 95 % CI dle rovnice 10. Výsledky všech výpočtu jsou zapsány v tabulce 4.





Obrázek 32: Bodová metoda, síť 391 bodů, vzorek A240



Obrázek 33: Bodová metoda, síť 391 bodů, vzorek B240

Tabulka 4: Naměřené hodnoty vzorků A240 a B240

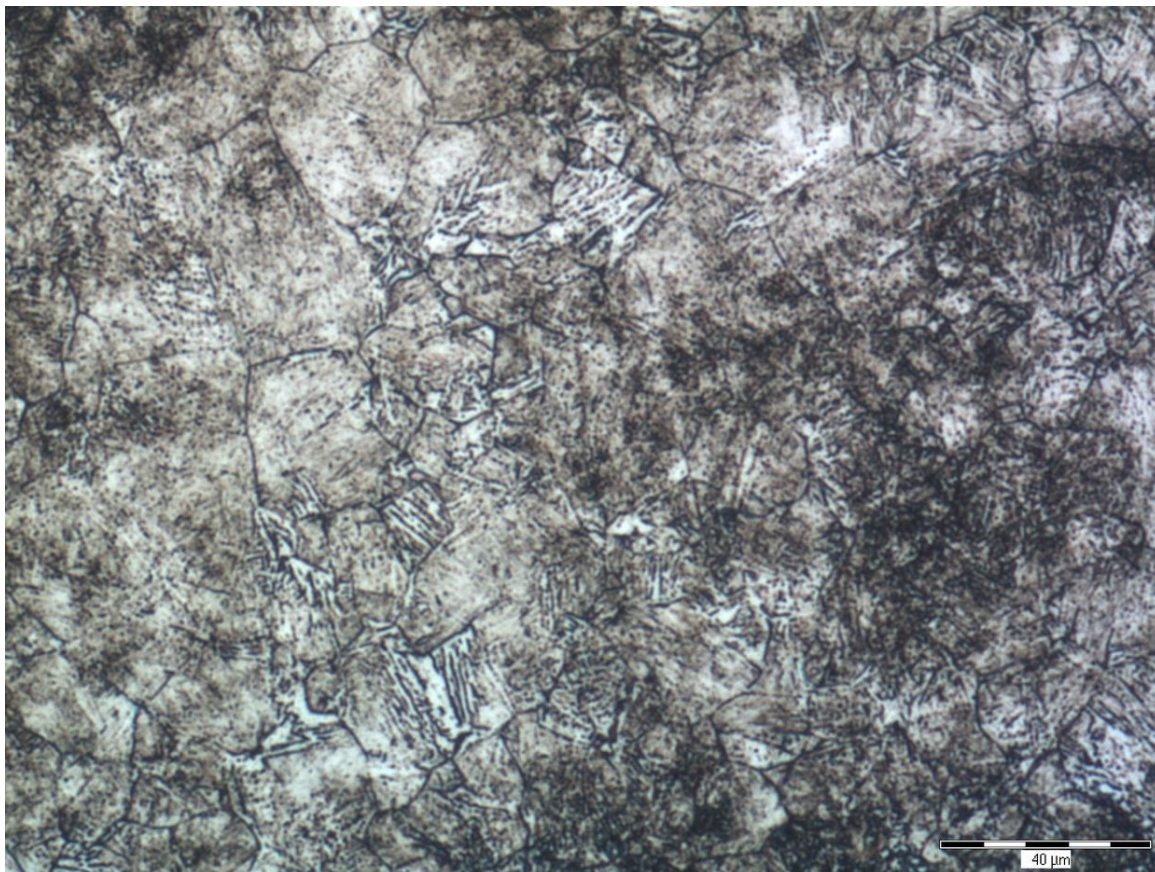
A240	Počet průsečíků	V $\alpha$ [%]		B240	Počet průsečíků	V $\alpha$ [%]
A240_1	17	4,35		B240_1	164	41,94
A240_2	24	6,14		B240_2	159	40,66
A240_3	16	4,09		B240_3	129	32,99
A240_4	16	4,09		B240_4	155	39,64
A240_5	13	3,32		B240_5	143	36,57
A240_6	28	7,16		B240_6	174	44,5
A240_7	20	5,12		B240_7	166	42,46
A240_8	32	8,18		B240_8	144	36,83
A240_9	29	7,42		B240_9	143	36,57
A240_10	28	7,16		B240_10	154	39,39
A240_11	19	4,86		B240_11	139	35,55
A240_12	23	5,88		B240_12	179	45,78
A240_13	25	6,39		B240_13	172	43,99
A240_14	14	3,58		B240_14	140	35,81
A240_15	21	5,37		B240_15	152	38,87
Bodů	<b>Průměr</b>	<b>5,54</b>		Bodů	<b>Průměr</b>	<b>39,44</b>
mřížky	<b>STD</b>	<b>1,4608</b>		mřížky	<b>STD</b>	<b>3,6232</b>
391	<b>CI 95 %</b>	<b>0,7392</b>		391	<b>CI 95 %</b>	<b>1,8335</b>

Průměrný podíl proeutektoidního feritu, který byl vyhodnocen pomocí manuální bodové obrazové analýzy, byl u vzorku A240 5,54 % a u vzorku B240 39,44 %. Rozdíl podílu feritu po 240s výdrže na teplotě 750 °C byl ve vzorku B o 34procentních bodů větší než u vzorku A.

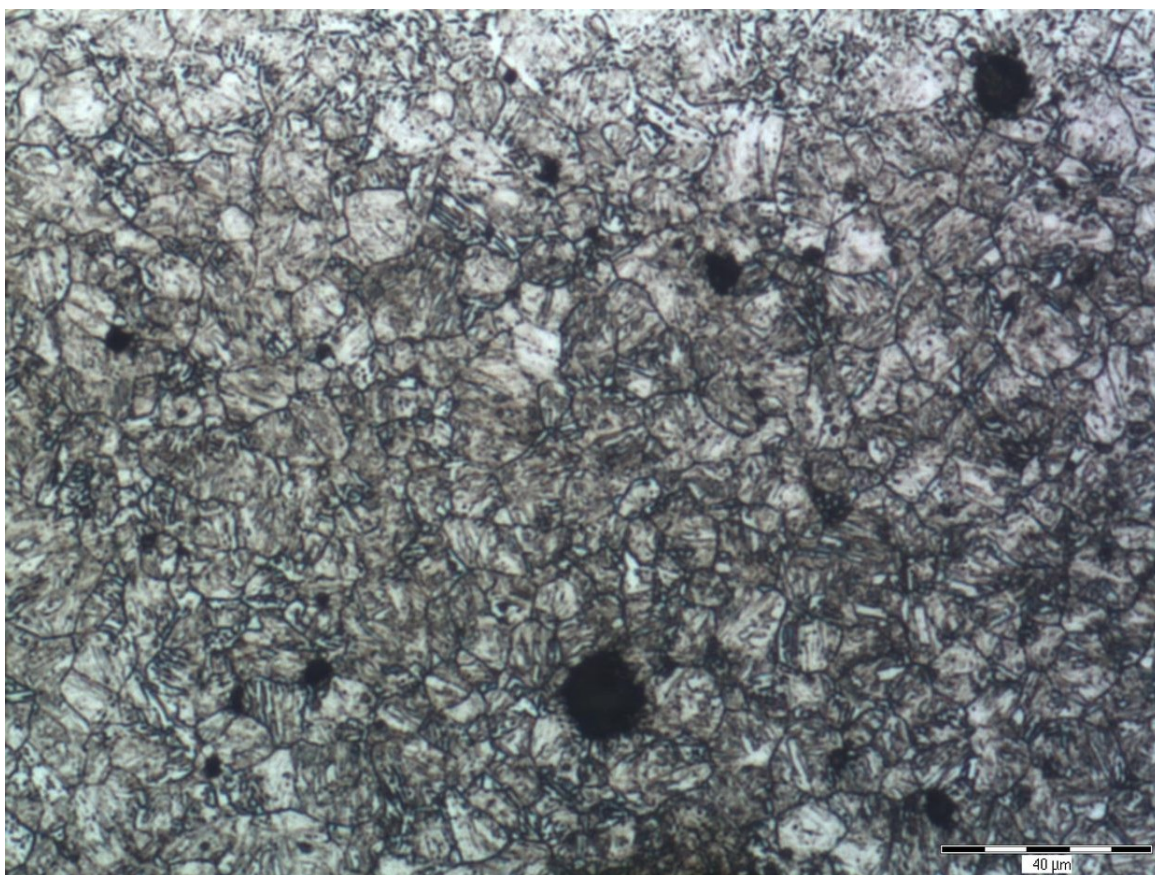
### 5.1. Hodnocení velikosti původního austenitického zrna

Struktura gama zrna byla získána pomocí metody zviditelnění původního austenitického zrna, která spočívala v chemickém vaření, kdy byl vzorek 5 min vařen v leptadle ALKILO. Po zviditelnění struktury, byly z každého vzorku autentizovaného při teplotě 950 °C a 880 °C pořízeny 3 fotografie, příklady jsou prezentovány na obrázku 34 a 35. Velikost zrna na fotografiích byla vyhodnocena kvantitativní metodou plošné analýzy pro stanovení velikosti zrna. K měření byl využit software Image Pro, ve kterém bylo ručně změřeno na vzorcích A240 - 34 zrn a B240 - 84 zrn. Z naměřených hodnot byla vypočtena střední hodnota velikosti zrna. Z celého souboru dat vzorku A240 a B240, byla statisticky vypočtená směrodatná odchylka SD a chyba měření 95 % CI. Výsledky měření jsou zapásaný v tabulkách 5 a 6.





*Obrázek 34: Původní austenitické zrno vzorku A240*



*Obrázek 35: Původní austenitické zrno vzorku B240*

Tabulka 5: Výpočet velikosti zrna vzorků A240

Velikost zrna G10	Hodnota	Jednotky
Počet měření	84	
Střední hodnota	11,6	μm
Směrodatná odchylka	5,1	μm
Chyba měření	1,091	

Tabulka 6: Výpočet velikosti zrna vzorků B240

Velikost zrna G8	Hodnota	Jednotky
Počet měření	36	
Střední hodnota	20,7	μm
Směrodatná odchylka	10,7	μm
Chyba měření	3,495	

Z vypočtené střední hodnoty byla stanovena velikost zrna dle ČSN EN ISO 643 [20]. V případě teploty austenitizace 950 °C vzorku A240 byla stanovena velikost zrna původního austenitu  $G = 8$ . Austenitizace na teplotě 880 °C vzorku B240 vedla k velikosti původního zrna austenitu  $G = 10$ .

### 5.1. Diskuse výsledků

Vyhodnocení struktury vzniklého feritu, spočívalo ve stanovení bodů protnutých v zrnech feritu a výpočtu objemové hustoty bodů  $V_a$ . Počty protnutých bodů byly stanoveny ručně, což může u nezkušeného metalografa způsobit nepřesnost hodnocení, zejména u vzorku B240, kde je množství vzniklého feritu poměrně vyšší než u vzorku A240. Z výsledků vyhodnocených struktur vzorku A240 a B240, které jsou v tabulce 4, je patrné, že množství vzniklého feritu u vzorku B je vyšší o 34 procentních bodů než u vzorku A. Dle chyby měření 95 % CI lze konstatovat, že bylo hodnocení struktury poměrně přesné.

Hodnocení velikosti zrna podle normy ČSN EN ISO 643 spočívalo v odečtení tabulkových hodnot v normě dle naměřených středních hodnot velikosti zrna vzorku A240 a B240. Vzorek A240, který byl ohřát na austenitizační teplotu 950 °C měl velikost zrna G8 a vzorek B240, který byl ohřát na austenitizační teplotu 880 °C měl velikost zrna G10. Statistické výpočty chyby měření potvrdily, že měření bylo relativně přesné. Ze stanovení velikosti zrna a stanovení podílu feritu nám plyne, že při nižší teplotě austenitizace 880 °C je zrno menší a při izotermickém ochlazení s výdrží 240 s na teplotě 750 °C, lze pozorovat vyšší množství vznikajícího feritu, než při teplotě austenitizace 950 °C, kde je zrno větší.

Důvodem většího rozměru zrna při vyšší teplotě je, že po překrystalisaci při ohřevu nad kritickou teplotou  $A_3$ , je vznikající austenitické zrno drobné. Toto zrno postupně roste



v závislosti na výši teploty. Růst austenitických zrn v průběhu austenitizace se uskutečňuje tzv. srůstáním nebo posuvem hranic. Při srůstání se větší počet drobných zrn spojuje v jedno velké zrno, díky tohoto mechanismu se zvětšuje velikost zrna. Velikost zrna ovlivňuje během izotermického ochlazování kinetiku feritické přeměny, protože tato fázová přeměna probíhá pomocí difuze, která využívá pro nukleaci především hranice zrn. Platí tedy čím je austenitické zrno jemnější, tím je plocha hranic zrna větší a díky toho vzniká ve struktuře více míst pro nukleaci feritu. A naopak, čím je zrno austenitu větší, tím je menší celková plocha pro nukleaci feritu [19].

Na závěr diskuse je nutno zmínit, že rozdíl vniklého feritu po 240 sekundách výdrže na teplotě 750 °C je u vzorku B o 34procentních bodů vyšší než u vzorku A. Už při pohledu na hodnocené snímky obou vzorků je míra vzniku feritu znatelně rozdílná.

## 6. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo vyhodnocení podílu feritu vzniklého rozpadem austenitu po 240 s výdrže na teplotě 750 °C v závislosti na rozdílných teplotách austenitizace výchozí struktury. Hodnocení bylo provedeno pomocí kvantitativních metod, a to hodnocením struktury pro stanovení objemového množství fáze bodovou metodou a stanovením velikosti původního zrna metodou srovnání podle normy ČSN EN ISO 643.

Vyhodnocení objemového podílu feritu bylo provedeno manuální bodovou metodou. Tato metoda je poměrně jednoduchá při stanovení objemového podílu méně se vyskytující fáze. S vyšším obsahem hodnocené fáze ve struktuře, roste náročnost a také možná nepřesnost hodnocení. Proto je potřeba klást důraz na preciznost při hodnocení struktury. Z naměřených hodnot vyplývá, že po 240 s výdrži na teplotě 750 °C vzniklo ve vzorku austenitizovaném při nižší teplotě o 34 % více feritu než ve vzorku austenitizovaném při vyšší teplotě. Statisticky bylo hodnocení ověřeno jako přesné.

Hodnocení velikosti původního austenitického zrna dle normy ČSN EN ISO 643, které spočívá v odečtení tabulkových normovaných hodnot středních velikosti, je docela rychlé. Samotné měření velikosti zrna pomocí softwaru Image Pro, je dle chyby měření poměrně přesné.

Samotný vliv vyšší austenitizační teploty na velikost austenitického zrna byl prokazatelný. Ve vzorku austenitizovaném při teplotě 950 °C byla naměřena velikost původního zrna austenitu G8, kdežto ve vzorku austenitizovaném při teplotě 880 °C mělo původní austenitické zrno velikost G10. Velikost austenitického zrna s rostoucí teplotou roste, proto při nižší austenitizační teplotě je zrno menší a celková plocha hranic zrna bude tedy značně větší. Čím je větší plocha zrn austenitu, tím se nachází více prostoru pro nukleaci proeutektoidního feritu a rychlost nukleace feritu i jeho následný růstu bude rychlejší, což výsledky provedeného experimentu potvrzují.

Závěrem je tedy možné konstatovat, že vyšší teplota austenitizace, byť o 70 °C má poměrně velký vliv na rychlost nukleace proeutektoidního feritu při izotermickém ochlazování na teplotě 750 °C.

Za osobní přínos této bakalářské práce považuji znatelné zdokonalení svých znalostí, co se týče průběhu rozpadu austenitu, jeho fázových přeměn a použití metod metalografické analýzy struktury oceli. A také rozšíření obzoru ve tvorbě dokumentace.

## 7. Seznam použitých zdrojů:

- [1] JANDOŠ, František, Riša ŘÍMAN a Antonín GEMPERLE. *Využití moderních laboratorních metod v metalografii*. Praha: SNTL – NAKLADATELSTVÍ technické literatury, 1985
- [2] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 80-7204-283-1
- [3] JONŠTA Zdeněk, František Filuš, Lubomír Čížek, *Praktikum z nauky o kovech*. Ostrava: VŠB: - TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA, 1989, ISBN 80-7078-957-2
- [4] D. W. Humphries, *The Oxford Dictionary of National Biography* [online]. Oxford: Oxford University Press, 2004-09-23 [cit. 2021-3-20]. Dostupné z: <http://www.oxforddnb.com/view/article/36196>
- [5] GEELS, Kay. *Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis, and Hardness Testing*. U.S.A.: ASTM International.
- [6] KONEČNÁ, Radomila a Stanislava FINTOVÁ. *Praktická metalografie* [online]. Žilina: Žilinská univerzita, Ň010 [cit. 2021-3-25]. Dostupné z: [http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/10/Prakticka\\_Metalografia.pdf](http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/10/Prakticka_Metalografia.pdf)
- [7] JONŠTA Petr, Vojtěch HRUBÝ a Arnošt SILBERNAGEL. *Praktická metalografie*. Ostrava: Kovosil, 2008. ISBN 978-80-903694-3-6.
- [8] Precizní rozbrušovací pily. Metalco material testing [online]. [cit. 2021-4-1]. Dostupné z: <https://www.metalco.cz/PRECIZNI-ROZBRUSOVACI-PILY/BRILLANT-220/>
- [9] VANDER VOORT, George F.: *Metallography, principles and practice*. Materials Park, Ohio: ASM International, 1999, xiv, 752 p. ISBN 08-717-0672-5.
- [10] Brusné papíry a folie. Metalco material testing [online]. [cit. 2021-4-3]. Dostupné z: <https://www.metalco.cz/brusne-papiry-zirkon-korund/brusny-papir-zirkon-korund--250-mm--fepa-60--120--180/>
- [11] Brožura. Metalco material testing [online]. [cit. 2021-4-5]. Dostupné z: [https://www.metalco.cz/user/documents/upload/PDF%20soubory/Bro%C5%BEury/metalco/BRO%C5%BDURA%202019%2013\\_3%20web.pdf](https://www.metalco.cz/user/documents/upload/PDF%20soubory/Bro%C5%BEury/metalco/BRO%C5%BDURA%202019%2013_3%20web.pdf)
- [12] VODÁREK, Vlastimil. *Metody studia struktury: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2559-5.
- [13] SOJKA, Jaroslav. *Studijní opora: Nauka o materiálu I*. Ostrava: Vysoká škola BÁŇSKÁ – TECHNICKÁ univerzita, 2008.
- [14] KRATOCHVÍL, Bohumil, Václav ŠVORČÍK a Dalibor VOJTĚCH. *Úvod do studia materiálů*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2005. ISBN isbn80-7080-568-4.
- [15] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3
- [16] *Microstructure of Ferrous Alloys*. VAC AERO [online]. [cit. 2021-5-1]. Dostupné z: <https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/894-microstructure-of-ferrous-alloys.html>
- [17] *Effect of heating rate on re-austenitisation of low carbon niobium microalloyed steel*. ResearchGate [online]. [cit. 2021-5-1]. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/publication/233515844\\_Effect\\_of\\_heating\\_rate\\_on\\_reaustenitisation\\_of\\_low\\_carbon\\_niobium\\_microalloyed\\_steel](https://www.researchgate.net/publication/233515844_Effect_of_heating_rate_on_reaustenitisation_of_low_carbon_niobium_microalloyed_steel)
- [18] MAZANCOVÁ, Eva. *Technické materiály I: učební text*. Ostrava: Vysoká škola BÁŇSKÁ – TECHNICKÁ univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2577-9.
- [19] *Návod pro cvičení z předmětu Deformační chování materiálů* [online]. VŠB-TU Ostrava, 2017, 11 [cit. 2021-4-20]. Dostupné z: <https://www.fmt.vsb.cz/export/sites/fmt/633/cs/studium/navody-k-cviceni/deformacni-chovani-materialu/cviceni-4/Doc/c4.pdf>
- [20] ČSN EN ISO 643. *Ocel – Mikrografické stanovení velikosti zrn*. Praha: Český normalizační institut, 2013.